

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

氟的质量分数(%):	51.81	54.32	55.58
重复线性 r (%) :	0.298	0.306	0.409

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表 1 %

氟的质量分数	允 许 差
50.0~60.0	0.70

9 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业级标准样品,每6个月校核一次本方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.3—2006
代替 YS/T 273.3—1994

冰晶石化学分析方法 和物理性能测定方法

第3部分:蒸馏-硝酸钍容量法 测定氟含量

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—
Part 3: Determination of fluoride content
by distillation-thorium nitrate titration



YS/T 273.3-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-17128

定价: 8.00 元

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
冰晶石化学分析方法
和物理性能测定方法
第3部分：蒸馏-硝酸钍容量法
测定氟含量

YS/T 273.3—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.bzcbs.com

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2006年9月第一版 2006年9月第一次印刷

*

书号：155066·2-17128 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533

4.4.6 蛇形冷凝器：长 400 mm。

4.5 电热器：能控制温度在 150℃±1℃。

4.6 pH 计：配有玻璃电极。

4.7 硼硅玻璃锥形烧杯：容量 250 mL。

5 试样

试样应符合 YS/T 273.13 中 3.3 的要求。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.2 g 试样(5)，精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 称取 2 g 碳酸钠(3.1)置于铂坩埚(4.1)中，加入试料(6.1)，小心地混匀，盖上铂盖。

6.4.2 将坩埚(6.4.1)放入到预先加热到 200℃ 的高温炉(4.2)中，然后升温到 800℃±20℃，熔融 20 min。取出，将坩埚的底部放入冷水槽中迅速冷却，将熔融物直接移入已装有几颗玻璃球(直径 2 mm~3 mm)的蒸馏烧瓶(4.4.1)中。

6.4.3 将 500 mL 容量瓶置于冷凝器(4.4.6)下收集蒸馏溶液。连接蒸馏烧瓶(4.4.1)和冷凝器(4.4.6)并开始通冷却水。盖上蒸馏烧瓶，经滴液漏斗(4.4.5)加入 50 mL 硫酸(3.4)或 30 mL 高氯酸(3.5)。同时加热已装有三分之二的水和几小块浮石的水蒸气发生器(4.3)，水沸腾前蒸气调整管(4.3.2)打开着。将蒸馏烧瓶(4.4.1)用电热器(4.5)加热到 150℃。借试管 4.3.2 上的弹簧夹调整蒸气流量，经管 4.3.1 以 250 g/h~300 g/h 流量通入蒸气，并维持蒸馏烧瓶(4.4.1)中的溶液温度在 150℃±1℃，并保持 90 min 收集蒸馏液约 400 mL，停止蒸馏。以水洗涤冷凝器，将收集瓶中的溶液稀释至刻度，混匀。

6.4.4 移取 50.00 mL 溶液(6.4.3)置于烧杯(4.7)中加入 50 mL 及 0.5 mL 茜素磺酸钠溶液(3.8)，用氢氧化钠溶液(3.3)调整至溶液呈粉红色，在 pH 计(4.6)指示下，逐滴加入盐酸(3.2)调到 pH 在 4.9~5.2 之间(溶液呈黄色)，加入 3 mL 茜素磺酸钠溶液(3.8)后，再用缓冲溶液(3.7)调到 pH 在 3.4±0.1 (约需缓冲溶液 1 mL 左右)。加入 0.5 mL 次甲基蓝溶液(3.9)。用硝酸钍标准溶液(3.7)滴定到刚刚出现蓝紫色为终点。

7 分析结果的计算

按公式(2)计算氟的质量分数(%)：

$$w(F) = \frac{c \cdot (V_3 - V_4)}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中：

m_0 ——移取试料质量，单位为克(g)；

c ——硝酸钍标准滴定溶液的实际浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_3 ——滴定样品溶液时消耗硝酸标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_4 ——滴定空白试验溶液时消耗硝酸标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

计算结果表示至小数点后一位。

4 仪器及设备

- 4.1 铂坩埚:上部直径 30 mm,下部直径 15 mm,高 30 mm。
- 4.2 高温炉:能控制温度 $800^{\circ}\text{C}\pm 20^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.3 水蒸气发生器:容积为 3 L 的烧瓶,塞子上插入三支内径为 6 mm 的玻璃管。
- 4.3.1 双曲导管:用做将蒸气导入蒸馏烧瓶(4.4.1)中。
- 4.3.2 调蒸气流量管:露在外面的一端,套有带弹簧夹的橡皮管。
- 4.3.3 安全管:长 1 m。
- 4.4 蒸馏器:用硼酸玻璃吹制,磨中接头,由以下部分组成。
- 4.4.1 蒸馏烧瓶:容积 250 mL,中心瓶颈直径 36 mm,侧面管径直径 20 mm,长 275 mm,两径距离 65 mm。
- 4.4.2 蒸馏柱:柱的第一个点组到最末一个点组距离 120 mm,共 11 点组,组距 12 mm 3 个点在圆周上分布间隔为 120° 。
- 4.4.3 温度计护套。
- 4.4.4 温度计:范围 $0^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$,长 250 mm。
- 4.4.5 滴液漏斗:容积 100 mL。

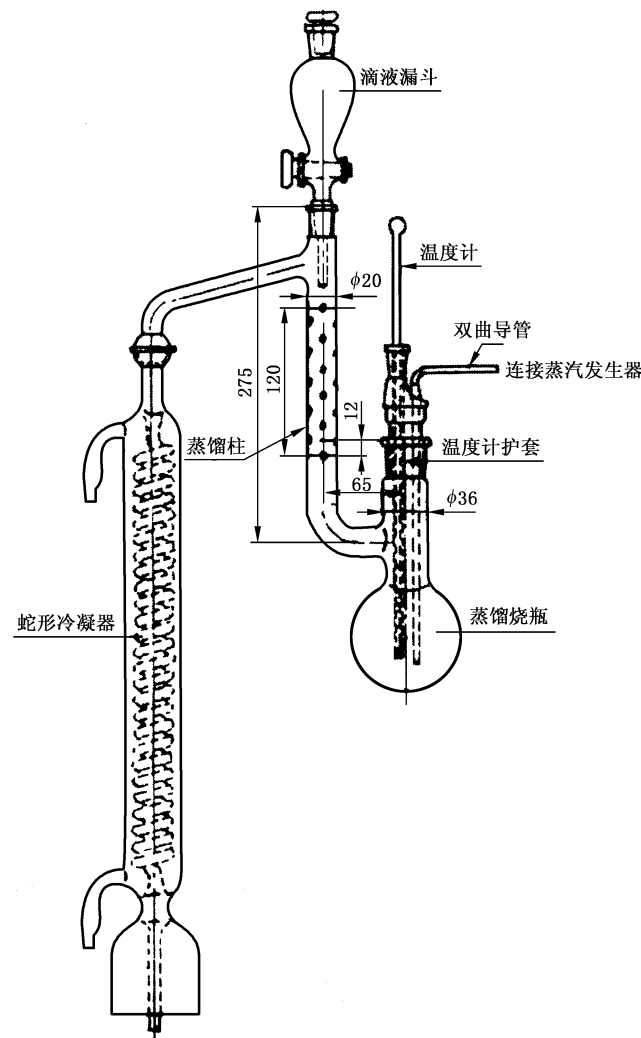


图 1 蒸馏装置示意图

前 言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 13 部分:

- 第 1 部分:重量法测定湿存水含量;
- 第 2 部分:灼烧减量的测定;
- 第 3 部分:蒸馏-硝酸钍容量法测定氟含量;
- 第 4 部分:EDTA 容量法测定铝含量;
- 第 5 部分:火焰原子吸收光谱法测定钠含量;
- 第 6 部分:钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量;
- 第 7 部分:邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量;
- 第 8 部分:硫酸钡重量法测定硫酸根含量;
- 第 9 部分:钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量;
- 第 10 部分:重量法测定游离氧化铝含量;
- 第 11 部分:X 射线荧光光谱分析法测定硫含量;
- 第 12 部分:火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量;
- 第 13 部分:试样的制备和贮存。

本部分为第 3 部分。

本部分是对 YS/T 273.3—1994 的修订,除进行编辑性修改外,增加了精密度和质量保证与控制两章,其他内容基本没有变化。

本部分代替 YS/T 273.3—1994。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝厂、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由多氟多化工股份有限公司起草。

本部分主要起草人:薛旭金、施秀华、王建萍。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 273.3—1994。