

的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)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 (%): 61.56 63.28 65.62
 重复性限 r (%): 0.20 0.31 0.36

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表1所列允许差。

表 1

氟的质量分数/%	允许差/%
55.00~68.00	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,每月或每二月校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

氟化铝化学分析方法 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

Determination of chemical contents
and physical properties of aluminium fluoride
Part 3: Determination of fluoride content
distillation-thorium nitrate titration volumetric method



YS/T 581.3—2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-16982

定价: 8.00 元

2006-03-07 发布

2006-08-01 实施

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
氟化铝化学分析方法
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 581.3—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7月第一版 2006年7月第一次印刷

*

书号: 155066·2-16982 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

4.5 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

应符合 YS/T 581.11 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

独立的进行两次测定,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)和蛇形冷凝器(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)。同时加热已装有三分之二的水和几小块浮石的水蒸汽发生器(4.3),水沸腾前蒸汽调整管(4.3.2)打开着。将蒸馏烧瓶(4.4.1)用电热器(4.5)加热到 150℃。借助管(4.3.2)上的弹簧夹调整蒸汽流量,经双曲导管(4.3.1)以 250 g/h~300 g/h 流量通入蒸汽,并维持蒸馏瓶(4.4.1)中的溶液温度在 150℃±1℃,使在约 90 min 内收集蒸馏液约 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 50.0 mL 溶液(6.4.3)置于烧杯(4.7)中加入 50 mL 水及 0.5 mL 茜素磺酸钠溶液(3.7),用氢氧化钠溶液(3.3)调解至溶液呈粉红色,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(3.7)后,再用缓冲溶液(3.5)调到 pH 在 3.4±0.1(约需缓冲溶液 1 mL 左右)。加入 0.5 mL 次甲基兰溶液(3.8)使溶液呈绿色。用硝酸钍标准溶液(3.6)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:

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);

V₃——滴定样品溶液时消耗硝酸钍标准的体积,单位为毫升(mL);

V₄——滴定空白试验溶液时消耗硝酸钍标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m₀——试料的质量,单位为毫克(mg)。

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,这两次测试结果

4.2 高温炉:能控制温度在 $800^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 。

4.3 水蒸汽发生器:容积为 3 L 的烧瓶,塞子上插入 3 支内径为 6 mm 的玻璃管。

4.3.1 双曲导管:用做将蒸汽导入蒸馏瓶(4.4.1)中。

4.3.2 调整蒸汽流量管:露在外面的一端,套有带弹簧夹的橡皮管。

4.3.3 安全管:长为 1 m。

4.4 蒸馏器:用硼酸玻璃吹制,磨口接头,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 1 个点组到最末 1 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。

4.4.6 蛇形冷凝器:长 400 mm。仪器装配见图 1:

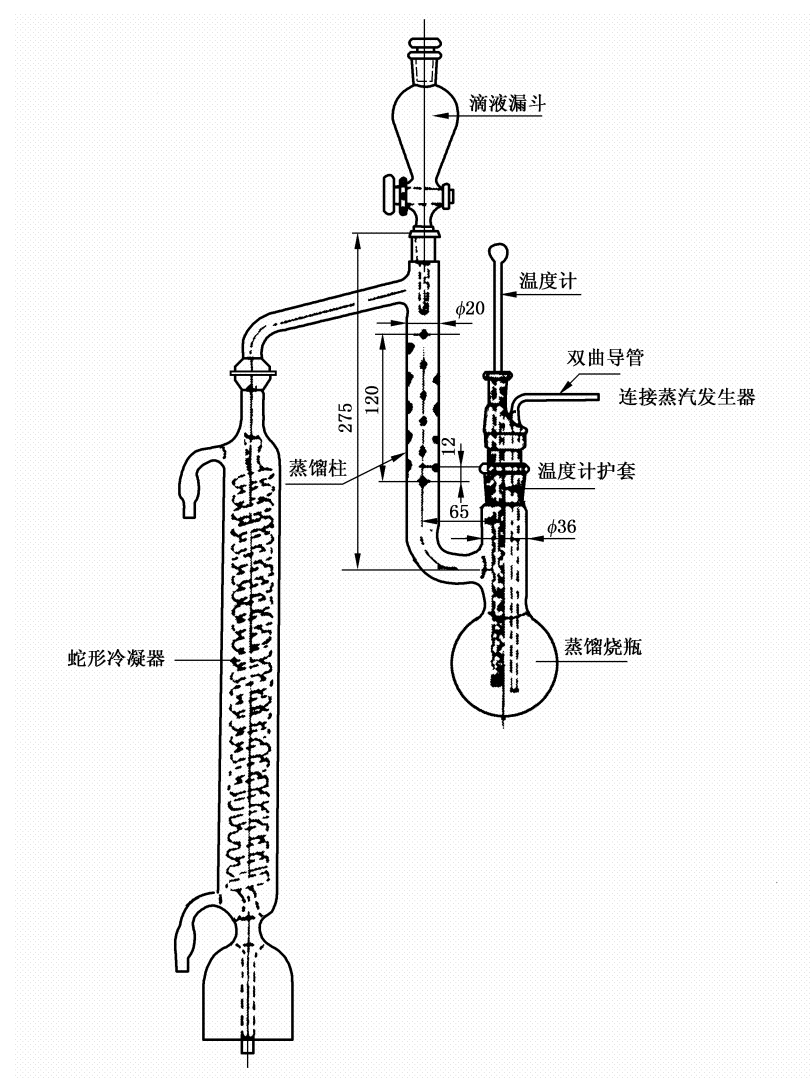


图 1 蒸馏装置示意图

前 言

YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 15 部分:

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量
- 第 2 部分 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 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量
- 第 11 部分 试样的制备和贮存
- 第 12 部分 粒度分布的测定 筛分法
- 第 13 部分 安息角的测定
- 第 14 部分 松装密度的测定
- 第 15 部分 游离氧化铝含量的测定

本部分为第 3 部分。

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。

本部分由抚顺铝厂起草。

本部分主要起草人:张莉莉、张颖、吴玉春、计春雷、张雄。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。