

中华人民共和国国家标准



YS/T535.2-2006

氟化钠化学分析方法 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟量

UDC 661.833.316
:543.06

GB 8158.2-87
ISO 2833-1973

Methods for chemical analysis of sodium fluoride
The distillation-nitric thorium
volumetric method for the
determination of fluorine content

调整为: YS/T 535.2-2006

本标准适用于氟化钠中氟的测定。测定范围: 40~60%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准等同采用国际标准ISO 2833-1973《工业用氟化钠——氟量的测定——改进的Willard-Winter法》。

1 方法提要

试样在硫酸或高氯酸介质中, 通水蒸气蒸馏分离氟, 以茜素磺酸钠次甲基蓝作指示剂, 用硝酸钍溶液滴定。

2 试剂

2.1 盐酸溶液 (0.06 mol/L)。

2.2 氢氧化钠溶液 (2%)。

2.3 硫酸溶液 (2+1)。

2.4 高氯酸 (ρ 1.60 g/ml)。

2.5 缓冲溶液

称取9.45g-氯乙酸溶于50ml氢氧化钠溶液 (1 mol/L) 中, 用水稀释至100ml, 混匀。

2.6 硝酸钍标准溶液

2.6.1 溶液的制备

称取9.45g四水合硝酸钍 [Th(NO₃)₄·4H₂O] 或质量相当的其他硝酸钍水合物溶于水中, 并稀释至1L, 混匀。

2.6.2 溶液的标定

称取0.2000g预先在600℃灼烧并在干燥器中冷却的特纯氟化钠, 用20~30ml水移入装有数个玻璃球 (直径约2~3mm) 的蒸馏瓶 (3.2.1) 中。以下按分析步骤4.4.2~4.4.3款进行。同时做空白试验。

2.6.3 按下式 (1) 计算硝酸钍标准溶液对氟的滴定度:

$$T \text{ (g/ml)} = \frac{m_1 \times 0.4525}{V_1 - V_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中: m_1 ——滴定分取的标准溶液 (2.6) 中所含氯化钠质量, g;

V_1 ——滴定分取的标准溶液 (2.6) 所消耗的硝酸钍标准溶液体积, ml;

V_2 ——滴定分取相应的空白溶液所消耗的硝酸钍标准溶液体积, ml;

0.4525——氟化钠换算成氟 (F) 的系数。

2.7 茜素磺酸钠溶液 (0.05%)。

2.8 次甲基蓝溶液 (0.05%)：

称取0.05g次甲基蓝，溶解在水中，稀释至100ml。

注：对于目视滴定，不仅用这两种指示剂 (2.7及2.8)，也可以单独用茜素磺酸钠 (2.7) 或者用甲基百里香酚蓝代替或使用指定pH范围获得相同结果的其他试剂。

3 仪器

一般实验室仪器及

3.1 蒸汽发生器：约3L容积的烧瓶，配有插入三支内径约6mm的玻璃管 (a、b、c) 的塞子。

a. 双曲导管：用以把蒸汽导入蒸馏瓶 (3.2.1) 中。

b. 蒸汽调节管：露在外面的一端装上套有带螺旋夹的橡皮管。

c. 安全管：长1m。

3.2 蒸馏器：硼酸玻璃制。带有磨口接头，由以下部分组成。

3.2.1 蒸馏烧瓶：容积250ml，中部瓶颈的直径为36mm，侧面瓶颈的长度为215mm，直径为20mm。两颈距离为65mm。

3.2.2 蒸馏柱：有11个三点组，自第1点组到最末点组长为120mm。三点围绕圆周间隔为120°。

3.2.3 温度计护套。

3.2.4 温度计：范围0~200℃有效长度约为250mm。

3.2.5 滴液漏斗：容积为100ml，插入蒸馏柱里。

3.2.6 冷凝器：有效长度400mm。

蒸馏装置见附图

3.3 电热器：能控制加热溶液温度 150 ± 1 ℃。

3.4 pH计：配有玻璃电极。

3.5 硼硅玻璃烧杯：锥形，容积250ml。

3.6 滴定管：容积10ml，分度0.02ml。

3.7 滴定比色皿：光路长5cm，宽5cm，高7.5cm。