

中华人民共和国国家标准

工业用氟化铝化学分析方法 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟量

UDC 661.482:543.06

GB 8156.3-87

ISO 2362-1972

Methods for chemical analysis of aluminium fluoride for industrial use

The distillation-thorium nitrate volumetric method for the
determination of fluoride content

本标准适用于工业用氟化铝中氟量的测定。测定范围： $\geq 50\%$ 。

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 2362—1972《工业用氟化铝——氟含量的测定——改进的 Willard-Winter》。

1 方法提要

试样用碳酸钠熔融。经硫酸-水蒸气蒸馏分离氟后，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 无水碳酸钠。

2.2 盐酸(约 0.06 mol/L)。

2.3 氢氧化钠溶液(2%)。

2.4 硫酸(2+1)。

2.5 缓冲溶液(pH2.7)：称取 9.45 g 一氯乙酸，溶解于 50 ml (1 mol/L) 氢氧化钠溶液(2.3)中，用水稀释至 100 ml，混匀。

2.6 硝酸钍标准溶液

2.6.1 配制：称取 9.45 g 四水合硝酸钍 $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，用水溶解后稀释至 1 L，混匀。

此溶液 1 ml 约相当于 1.3 mg 氟。

2.6.2 标定：称取 0.2000 g 预先在 600 °C 灼烧并置于干燥器中冷却的特纯无水氟化钠，用 20~30 ml 水将其移入蒸馏烧瓶(3.4.1)中，以下操作按分析步骤 4.4.3~4.4.4 款进行，同时做空白试验。

硝酸钍标准溶液的滴定度 T 按下式计算：

$$T(\text{mg/ml}) = \frac{m_1 \times 0.4525}{(V_1 - V_2) \times 10}$$

式中： m_1 ——称取氟化钠量，mg；

V_1 ——标定时消耗硝酸钍标准溶液的体积，ml；

V_2 ——空白试验时消耗硝酸钍标准溶液的体积，ml；

0.4525——氟化钠换算成氟的系数。

2.7 茜素磺酸钠溶液(0.05%)。

2.8 次甲基蓝溶液(0.05%)。

3 仪器和设备

一般实验室用仪器设备及

3.1 铂坩埚:上部直径30 mm、下部直径15 mm、高30 mm,配有铂盖。

3.2 电炉:能控制在 800 ± 20 °C。

3.3 蒸汽发生器:容积为3 L的烧瓶配有上面插入三支内径为6 mm的玻璃管(a、b、c)的塞子。

a. 双曲导管:用于将蒸汽导入蒸馏瓶(3.4.1)中。

b. 蒸汽调整管:露在外面的一端套有带螺旋夹的橡皮管。

c. 安全管:长1 m。

3.4 蒸馏器:用硼硅玻璃吹制,带磨口接头,由以下部分组成。

3.4.1 蒸馏烧瓶:容积250 ml,中心瓶颈直径36 mm,侧面管径20 mm,长275 mm,两颈距离65 mm。

3.4.2 蒸馏柱:柱的第一个点组到最末一个点组距离120 mm,共十一点组,组距12 mm,三个点在圆周上分布间隔为 120° 。

3.4.3 温度计护套。

3.4.4 温度计:范围 $0 \sim 200$ °C,长250 mm。

3.4.5 滴液漏斗:容积100 ml,插入蒸馏柱(3.4.2)中。

3.4.6 蛇形冷凝器:长400 mm。

仪器装配见下图。

3.5 电热器:能控制在 150 ± 1 °C。

3.6 pH计:配有玻璃电极。

3.7 硼硅玻璃锥形烧杯:容量250 ml。

3.8 滴定管:容积10 ml,分度为0.02 ml。

3.9 分光光度计:附加滴定装置。

3.10 滴定比色皿:光路长5 cm,宽5 cm,高7.5 cm。