

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 606.1-95

稀土产品化学分析方法 氟量的测定 硝酸钍容量法

代替 YB 1509-77 二十一

1 方法要点

试样在高氯酸介质中,于130~140℃进行蒸馏,氟以氢氟酸、氢氟酸的水合物和四氟化硅形式被蒸出。在 pH3.0~3.2的缓冲溶液中以甲基百里酚蓝为指示剂,用硝酸钍标准溶液滴定。本方法适用于氟化稀土中常量氟的测定。

2 试剂与仪器

70%高氯酸。

1:200盐酸溶液。

2%氢氧化钠溶液。

氯乙酸缓冲溶液(pH3.1±0.1):称取氯乙酸9.45克,溶于50毫升水中,加入氢氧化钠2.7克,以水稀释至100毫升。用 pH 计校正。

甲基百里酚蓝指示剂(MTB):称甲基百里酚蓝1克和100克硝酸钾研细、混匀。

对硝基酚指示剂:0.20%溶液。

氟化钠标准溶液:准确称取经110℃烘过的氟化钠(99%)2.2324克,加水溶解,移入1升容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。移入塑料瓶中备用。此溶液每毫升含氟1毫克。

硝酸钍标准溶液:称取硝酸钍($\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)15.48克加水100毫升溶解,移入2升容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

标定:准确移取氟标准溶液10毫升4份,各加水稀释至100毫升,加0.2%对硝基酚指示剂5滴,加2%氢氧化钠溶液2滴。滴加1:200盐酸至溶液呈无色,过量4毫升,加氯乙酸缓冲溶液4毫升,加入适量甲基百里酚蓝指示剂,用硝酸钍标准溶液滴定至蓝色为终点。

计算:

$$T = \frac{V_1 \cdot T_1}{V}$$

式中: V_1 ——所取氟标准溶液的体积(毫升);

T_1 ——每毫升氟标准溶液的含氟量(克);

国家计委稀土办公室1995-01-24 批准

1995-01-24

包钢稀土研究院

实施
起草