



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

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
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2006年9月第一版

*

书号:155066·2-17128

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

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。

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

1 范围

本部分规定了冰晶石中氟含量的测定方法。

本部分适用于冰晶石中氟含量的测定。测定范围:50%~60%。

2 方法提要

试料用碳酸钠溶解。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。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠(优级纯)。

3.2 盐酸(约 0.06 mol/L)。

3.3 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

3.4 硫酸(2+1)。

3.5 高氯酸(ρ 1.60 g/mL)。

3.6 缓冲溶液(pH 2.7):称取 9.45 g 一氯乙酸,溶解于 50 mL 氢氧化钠(1.0 mol/L)中,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.7 硝酸钍标准溶液 [$c[\text{Th}(\text{NO}_3)_4]=0.068 \text{ mol/L}$]

3.7.1 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,次目标定。

3.7.2 标定:称取 0.200 0 g 预先在 600℃ 灼烧并在干燥器中冷却过的特纯无水氟化钠,用 20 mL~30 mL 水移入装有数个玻璃球(直径 2 cm~3 cm)的蒸馏烧瓶(4.4.1)中。以下按分析步骤 6.4.3~6.4.4 进行。同时做空白试验。

3.7.3 按公式(1)计算硝酸钍标准溶液的浓度:

$$c\left[\frac{1}{4}\text{Th}(\text{NO}_3)_4\right] = \frac{m_1}{(V_1 - V_2) \times 41.99} \times 10^3 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c\left[\frac{1}{4}\text{Th}(\text{NO}_3)_4\right]$ ——硝酸钍标准滴定溶液的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——分取的氟化钠的质量,单位为克(g);

V_1 ——标定时消耗硝酸钍标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白实验时消耗硝酸钍标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

41.99——氟化钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

计算结果表示至小数点后一位。

3.8 茜素磺酸钠溶液(0.5 g/L)。

3.9 次甲基蓝溶液(0.5 g/L)。