



中华人民共和国国家标准

GB/T 22661.3—2008

氟硼酸钾化学分析方法 第3部分：氟硼酸钾含量的测定 氢氧化钠容量法

Chemical analysis methods of potassium fluoborate—
Part 3: Determination of potassium fluoborate content—
Sodium hydroxide titration volumetric method

2008-12-29 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 22661《氟硼酸钾化学分析方法》共分为 10 部分：

- 第 1 部分：试样的制备和贮存；
- 第 2 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 3 部分：氟硼酸钾含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第 4 部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：游离硼酸含量的测定 氢氧化钠容量法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 硝酸汞容量法；
- 第 10 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 22661 的第 3 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位：多氟多化工股份有限公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院、衡阳市邦友化工科技有限公司。

本部分主要起草人：黎志坚、朱亮、廖志辉、薛旭金、陈以春、王建萍、冯敬东、刘志鸿、黄尤菊、刘敏。

氟硼酸钾化学分析方法

第 3 部分：氟硼酸钾含量的测定

氢氧化钠容量法

1 范围

GB/T 22661 的本部分规定了氟硼酸钾中氟硼酸钾含量的测定方法。

本部分适用于氟硼酸钾中氟硼酸钾含量的测定。测定范围： $\geq 95\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22661 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 22661.1—2008 氟硼酸钾化学分析方法 第 1 部分：试样的制备和贮存

3 方法提要

试料在氯化钙溶液中，加热发生水解，水解产物盐酸，以氢氧化钠标准溶液滴定，根据消耗量求得氟硼酸钾含量。

4 试剂

4.1 甲基橙指示剂：1 g/L。

4.2 中性氯化钙溶液：300 g/L。

配制：按 1 000 mL 溶液 300 g 无水氯化钙比例配制，如溶液不清亮须用滤纸过滤，加甲基橙指示剂（4.1）调至呈橙色。

4.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.2500 \text{ mol/L}$ 。

4.3.1 氢氧化钠贮存溶液的配制

称取 2 020 g 氢氧化钠，溶解于 10 L 无二氧化碳的纯水中，贮于有机玻璃瓶中。视氢氧化钠中碳酸钠含量的高低，加适量二氯化钡（估计每含 1 g 碳酸钠加 5 g 二氯化钡）静置数小时，使碳酸钡沉淀完全。移取上层清液，加适量硫酸钠，混匀后放置过夜。1 L 此溶液约含氢氧化钠 5 mol，使用时取其上清液或过滤。

4.3.2 氢氧化钠标准滴定溶液的配制

移取 500 mL 氢氧化钠贮存溶液（4.3.1）于有机玻璃瓶中，加无二氧化碳纯水冲稀至 10 L，混匀，放置第二天标定。

4.3.3 氢氧化钠标准滴定溶液的标定

称取 1.276 3 g 苯二甲酸氢钾基准试剂（于 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h~3 h，放干燥器中冷却至室温）于 250 mL 三角瓶中，加无二氧化碳纯水 80 mL，加热溶解，加 1 滴甲基橙指示剂（4.1），用欲标定的氢氧化钠标准滴定溶液（4.3.2）滴定至溶液突变为黄色为终点。

4.3.4 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度（ c ）按公式（1）计算：