



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.3—2008

氟化镁化学分析方法 第3部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法

Chemical analysis of magnesium fluoride—
Part 3: Determination of fluoride content—
Distillation-thorium nitrate titration volumetric method

2008-06-09 发布

2008-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
氟化镁化学分析方法
第 3 部分：氟含量的测定
蒸馏-硝酸钍容量法
GB/T 21994.3—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

*

书号：155066·1-32564

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

前 言

GB/T 21994《氟化镁化学分析方法》分为 8 个部分：

- 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：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法；
- 第 4 部分：镁含量的测定 EDTA 容量法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为第 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。

本部分由湖南有色氟化学有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

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、白银氟化盐有限责任公司。

本部分主要起草人：黎志坚、廖志辉、陈湘渝、朱亮、薛旭金、王建萍、郭贤慧、王波、李冶。

氟化镁化学分析方法

第 3 部分：氟含量的测定

蒸馏-硝酸钍容量法

1 范围

本部分规定了氟化镁中氟量的测定方法。

本部分适用于氟化镁中氟量的测定。测定范围：40%~62%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款，通过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，其最新版本适应于本部分。

GB/T 21994.1—2008 氟化镁化学分析方法 第 1 部分：试样的制备和贮存

3 方法提要

试料用碳酸钠溶解。经硫酸-水蒸汽蒸馏分离氟后，以茜素黄酸钠-次甲基蓝作指示剂，用硝酸钍溶液滴定。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 茜素红 S 指示剂(2.5 g/L)。

4.4 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

4.5 盐酸溶液(1+99)。

4.6 醋酸(1 mol/L)。

4.7 次甲基蓝指示剂(0.1 g/L)。

4.8 硝酸钍标准溶液

4.8.1 配制：称取 1.8 g 四水合硝酸钍[Th(NO₃)₄·4H₂O]，用水溶解后稀释至 1 L，混匀静放，次日标定。

4.8.2 标定：称取 0.130 0 g 预先在 600℃灼烧并置于干燥器中冷却的无水氟化钠(高纯)。用 20 mL~30 mL 水将氟化钠移入蒸馏烧瓶中。以下按分析步骤 7.4.2~7.4.3 进行。同时做空白实验。

硝酸钍标准溶液的实际质量浓度按公式(1)计算：

$$c = \frac{0.4525 \times m_1}{V_1 - V_2} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——硝酸钍标准溶液的实际质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m_1 ——称取氟化钠的质量，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)；

0.4525——氟化钠换算成氟的系数。