



中华人民共和国国家标准

GB/T 21994.4—2008

氟化镁化学分析方法 第4部分：镁含量的测定 EDTA容量法

Chemical analysis of magnesium fluoride—
Part 4: Determination of magnesium—
EDTA 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

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 4 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4部分：镁含量的测定

EDTA容量法

1 范围

本部分规定了氟化镁中镁量的测定方法。

本部分适用于氟化镁中镁量的测定。测定范围：25%~40%。

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

试料用氢氟酸、硫酸分解，以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 作指示剂，用 EDTA 溶液滴定。

4 试剂

4.1 氢氟酸(40%)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 盐酸(3 mol/L)。

4.4 甲基橙指示剂(1 g/L)。

4.5 氨水(1+1)。

4.6 氯化铵氨性洗涤液：称取 1 g 氯化铵溶解于 500 mL 水中，加甲基橙指示剂 2 滴，用氨水(1+1)和盐酸(3 mol/L)调至刚好呈黄色，并过量 2 滴。

4.7 硝酸(1+1)。

4.8 三乙醇胺(1+2)。

4.9 氨性缓冲溶液(pH=10)：称取 67.5 g 氯化铵溶解于 200 mL 水中，加入 510 mL 浓氨水，稀释到 1 000 mL，混匀，密闭保存。

4.10 钙指示剂：称取 1 g 钙指示剂与 10 g 无水硫酸钠放玛瑙研钵里研磨均匀，放干燥器中保存。

4.11 镁指示剂：称取酸性铬蓝 K 0.114 4 g，萘酚绿 B 0.285 6 g，溶解于 100 mL 水中，在棕色瓶中贮存备用。

4.12 二甲酚橙指示剂(1 g/L)：称取 0.100 0 g 二甲酚橙指示剂直接溶解于 100 mL 水中，贮存于 150 mL 棕色滴瓶中备用。

4.13 盐酸(1+1)。

4.14 氢氧化钾。

4.15 氢氧化钾溶液(200 g/L)。

4.16 醋酸-醋酸钠缓冲溶液 pH=(5.5~6)：称取 120.5 g 无水醋酸钠溶解于水中，加入 10 mL 冰醋酸，加水稀释到 1 000 mL，混匀备用。