

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.3—2012
代替 YS/T 273.3—2006

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第 3 部分：氟含量的测定

Chemical analysis methods and physical properties of cryolite—
Part 3: Determination of fluoride content

2012-05-24 发布

2012-11-01 实施

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 14 部分：

- 第 1 部分：重量法测定湿存水含量
- 第 2 部分：烧减量的测定
- 第 3 部分：氟含量的测定
- 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
- 第 14 部分：X 射线荧光光谱分析法测定元素含量

本部分为第 3 部分。

本部分是对 YS/T 273.3—2006 的修订，增加了氟氯化铅沉淀-硝酸汞容量法作为方法一，并将原蒸馏-硝酸钍容量法编辑性修改后作为方法二，仲裁方法采用方法一。

本部分代替 YS/T 273.3—2006。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分由内蒙古霍煤鸿骏铝业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中铝抚顺铝业有限公司、山东南山铝业有限公司、多氟多化工股份有限公司参加起草。

本部分方法一主要起草人：李志辉、邓素萍、张颖、原建昌、陈鸿钧。

本部分方法二主要起草人：薛旭金、施秀华、王建萍、箭颖、田振明。

本部分历次版本发布情况为：

YS/T 273.3—1994、YS/T 273.3—2006。

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第3部分:氟含量的测定

方法一 氟氯化铅沉淀-硝酸汞容量法

1 范围

本方法规定了冰晶石中氟含量的测定方法。

本方法适用于冰晶石中氟含量的测定。测定范围:40.00%~60.00%。

2 引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

YS/T 273.13—2006 试样的制备和贮存

3 方法提要

试样以无水碳酸钾钠、石英砂混合,在高温下熔融,使硅与铝形成硅铝酸盐沉淀而与氟分离,在适当酸度下,加入氟铅离子,与氟形成氟氯化铅沉淀,溶于硝酸后,用硝酸汞标准溶液滴定氯离子量,间接算出氟含量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 4.1 无水碳酸钾钠。
- 4.2 石英砂。
- 4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 4.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL):(1+3)。
- 4.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL):2 mol/L。
- 4.6 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)。
- 4.7 甲基橙:1 g/L 酒精溶液。
- 4.8 亚硝基亚铁氰化钠溶液:100 g/L。
- 4.9 盐酸(ρ 1.19 g/mL):0.1 mol/L。
- 4.10 乙酸铅溶液(120 g/L):称取 120 g 乙酸铅,溶于 800 mL 水中,加入 10 滴冰乙酸(4.6),用水稀释至 1 000 mL。
- 4.11 氯化钠标准溶液(0.10 mol/L):优级纯氯化钠在 105 °C \pm 5 °C 烘干 1.5 h,准确称取 5.846 g 倒入烧杯中,加入 150 mL 水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度摇匀。
- 4.12 氟氯化铅洗液:称取 0.2 g 氟化钠,溶于 100 mL 水中,加 100 mL 氯化钠标准溶液(4.11),2 mL 硝酸(4.5),10 滴冰乙酸(4.6),加热至 40 °C \pm 1 °C,在搅拌下加入 30 mL 乙酸铅溶液(4.10),放置