



中华人民共和国国家标准

GB 6730.26—86

铁矿石化学分析方法 硝酸钍容量法测定氟量

Methods for chemical analysis of iron ores
The thorium nitrate volumetric method for
the determination of fluorine content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法

硝酸钍容量法测定氟量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730·26—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The thorium nitrate volumetric method for
the determination of fluorine content

代替GB 1373—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中氟量的测定。测定范围：2.00~15.00%。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用高氯酸、磷酸在130~140℃通水蒸气蒸馏，使氟与共存元素分离后，调整酸度在pH3.0~3.2，以甲基百里酚蓝为指示剂，用硝酸钍标准溶液滴定。借此测定氟量。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 磷酸 (ρ 1.70 g/ml)。

2.3 高氯酸 (ρ 1.67 g/ml)。

2.4 盐酸 (1 + 200)。

2.5 氢氧化钠溶液 (2%)。

2.6 高锰酸钾溶液 (4%)。

2.7 氯乙酸缓冲溶液 (pH3.1 ± 0.1)：称取9.45g氯乙酸加水溶解，加入2.7g氢氧化钠，溶解后用水稀释至100ml，混匀。并用pH计校正。

2.8 对硝基酚溶液 (0.2%)。

2.9 甲基百里酚蓝 (MTB)：称取1份甲基百里酚蓝与100份硝酸钾 (预先在110℃烘去水分)研细混匀，置磨口瓶中保存。

2.10 氟标准溶液：称取2.2101g预先在120℃烘干过的氟化钠 (优级纯) 用水溶解，移入1000 ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，转入塑料瓶中贮存。此溶液1 ml含1000.0 μg氟。

2.11 硝酸钍标准溶液：称取7.3g硝酸钍 [Th (NO₃)₄ · 4H₂O] 以水溶解，过滤于1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

标定：移取10.00 ml氟标准溶液 (2.10) 四份，分别置于300 ml烧杯中，用水稀释至约180 ml，加5滴对硝基酚 (2.8)，滴加氢氧化钠 (2.5)至溶液呈黄色，再滴加盐酸 (2.4)至黄色消失，并过量4 ml，加4 ml氯乙酸缓冲溶液 (2.7)、约150 mg甲基百里酚蓝 (2.9)，用硝酸钍标准溶液 (2.11) 滴定至溶液由黄色变蓝色为终点。同时做试剂空白，按式 (1) 求得对氟的滴定度。

$$T = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——硝酸钍标准溶液对氟的滴定度，g/ml；

m——所取氟标准溶液含氟量，g；

V——消耗硝酸钍标准溶液的体积，ml；