



中华人民共和国国家标准

GB/T 20166.2—2006

稀土抛光粉化学分析方法 氟量的测定 离子选择性电极法

Chemical analysis methods of rare earth polishing powder—
Determination fluorine content—Ion selective electrode analysis

2006-04-13 发布

2006-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由国家发展和改革委员会稀土办公室提出。

本标准由全国稀土标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准由甘肃稀土新材料股份有限公司负责起草。

本标准由甘肃白银有色金属公司冶炼厂、甘肃白银有色金属公司西北铅锌冶炼厂参加起草。

本标准主要起草人：李宝莹、黄仲汉。

本标准参加起草人：丁向阳、陶明、冯伟。

稀土抛光粉化学分析方法 氟量的测定

离子选择性电极法

1 范围

本标准规定了以铈基稀土为主的稀土抛光粉中氟量的测定方法。

本标准适用于以铈基稀土为主的稀土抛光粉中氟量的测定。测定范围：0.01%~10.0%。

2 方法原理

试料经碱熔融后浸出过滤，使氟与铁、稀土等氢氧化物沉淀分离，在 pH 值为 6.5~7.0 的溶液中，以氟离子选择性电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极，测量两电极间的平衡电位值，求得氟含量。

3 试剂

3.1 无水碳酸钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

3.4 二次去离子交换水。

3.5 盐酸(2.5 mol/L)。

3.6 柠檬酸钠缓冲液(pH=6.5~7.0)：称取 294 g 柠檬酸钠于 1 000 mL 烧杯中，加入 900 mL 水溶解，在酸度计上用盐酸(3.5)和氢氧化钠溶液(3.3)调节 pH 为 6.5~7.0，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即保存于塑料瓶中。

3.7 氟离子标准贮存溶液：称取 2.210 1 g 优级纯氟化钠(120℃干燥至恒重)于 250 mL 塑料烧杯中，加水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即保存于塑料瓶中，此溶液 1 mL 含 1 mg 氟。

3.7.1 氟离子标准溶液：移取 50.00 mL 氟标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，立即保存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 氟。

3.7.2 氟离子标准溶液：移取 5.00 mL 氟标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，立即保存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μg 氟。

3.8 溴甲酚绿指示剂(1 g/L 的乙醇-水溶液)：称取 0.1 g 溴甲酚绿溶于 20 mL 乙醇中，以水稀释至 100 mL，混匀。

4 仪器

4.1 酸度计。

4.2 电位测量仪，精度 0.1 mV。

4.3 氟离子选择性电极：氟离子检测限应不大于 2.5×10^{-4} mg/mL，电极在使用前应在 10^{-3} mol/L 氟化钠溶液中浸泡 1 h，使之活化，然后以水洗至洗液含氟不大于 10^{-5} mg/mL 后方能进行测定。

4.4 饱和甘汞电极。

5 试样

将试样于 105℃~110℃干燥 1.5 h，在干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料。

表 1

氟含量(质量分数)/%	称取试料量/g	定容体积/mL	分取体积/mL
0.01~0.10	1.000 0	250.00	10.00
>0.10~1.00	0.500 0	250.00	5.00
>1.00~5.00	0.250 0	250.00	2.00
>5.00~10.0	0.150 0	250.00	2.00

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定次数

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

6.4 测定

6.4.1 将试料置于盛有 1 g 无水碳酸钠(3.1)、1 g 过氧化钠(3.2)的 30 mL 镍坩埚中,再加 1 g 过氧化钠(3.2)、3 g 无水碳酸钠(3.1)。在低温电热板上烘去水分,盖上坩埚盖。将坩埚及试料放入 700℃ 的马弗炉中熔融 6 min~8 min,取出稍冷,连同坩埚一起置于预先盛有 100 mL 沸水的塑料杯中,洗净坩埚及盖,移入 200 mL 容量瓶中,流水冷却至室温,以水稀至刻度,摇匀。用中速定量滤纸干过滤于 100 mL 干燥的塑料烧杯中。

6.4.2 按表 1 移取适量体积的试液(6.4.1)于 50 mL 的容量瓶中,加水约至 20 mL,加 1 滴溴甲酚绿指示剂(3.7),以盐酸(3.5)调溶液至黄色,再用氢氧化钠溶液(3.3)调溶液至蓝色,然后加入 15 mL 柠檬酸钠缓冲溶液(3.6),以水稀释至刻度,摇匀。将此溶液全部倒入 50 mL 干燥的塑料烧杯中,加入磁力搅拌转子,放在电磁搅拌器上,启动搅拌器。插入氟离子选择性电极(4.3)和饱和甘汞电极(4.4),待其读数稳定,电极电位每分钟的变化不大于 0.2 mV 时,读取电位值。

6.4.3 在工作曲线上查出氟离子的微克数,计算样品中的氟含量。

6.5 氟离子标准工作曲线绘制

6.5.1 移取 0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL 氟离子标准溶液(3.7.2)和 0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 氟离子标准溶液(3.7.1),分别置于一组 50 mL 的容量瓶中,移取与试料液(6.4.2)相同体积的试料空白溶液(6.2)于 50 mL 容量瓶中,以下按 6.4.2 步骤操作。按氟浓度由低到高的次序与试料同时进行测定。

6.5.2 在半对数坐标纸上,以氟离子浓度为横坐标,以相应的平衡电位值为纵坐标,绘制标准工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按式(1)计算氟的质量分数(%):

$$w(F) = \frac{m_1 \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查得 F 量,单位为微克(μg);

m ——试料质量,单位为克(g);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表1数据采用线性内插法求得:

表 1

氮含量(质量分数) / %	重复性限(r) / %
4.16	0.30
4.39	0.39
注:重复性限(r)为 $2.8 \times S_r$, S_r 为重复性标准差。	

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

氮含量范围(质量分数) / %	允许差 / %
0.01~0.1	0.005
>0.1~1.0	0.05
>1.0~5.0	0.40
>5.0~10.0	0.80