



中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 615—2012

氟化稀土化学分析方法 氟量的测定 水蒸汽蒸馏-EDTA 滴定法

Chemical analysis method of rare earths fluoride—
Determination of fluorine content—
Water vapor distillation-EDTA titration

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国稀土
行业标准
氟化稀土化学分析方法
氟量的测定
水蒸汽蒸馏-EDTA 滴定法

XB/T 615—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 010-51780168

010-68522006

2013年4月第一版

*

书号: 155066·2-24644

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本标准负责起草单位:包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本标准起草单位:包头稀土研究院、内蒙古包钢稀土(集团)高科技股份有限公司。

本标准参加起草单位:赣州艾科锐化工金属材料检测有限公司、湖南益阳鸿源稀土有限责任公司。

本标准主要起草人:刘春、崔爱端、郝茜、姚南红、许鸽鸣、陈婕、肖红梅、朱霓、秦丽、胡礼海。

氟化稀土化学分析方法

氟量的测定

水蒸汽蒸馏-EDTA 滴定法

1 范围

本标准规定了氟化稀土中氟量的测定方法。

本标准适用于氟化稀土中氟量的测定。测定范围:20.00%~40.00%。

2 方法原理

试料中的氟经水汽蒸馏伴随高氯酸烟挥发,从而与其他元素分离,冷凝回收富集。在 $\text{pH} \approx 2.0 \sim 3.0$,馏分中的氟离子与氯化镧反应,过量的镧离子在六次甲基四胺缓冲溶液($\text{pH} \approx 5.5$)中,以二甲酚橙溶液为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定,计算氟量。

3 试剂和材料

3.1 高氯酸,优级纯($\rho 1.76 \text{ g/mL}$)。

3.2 盐酸,分析纯($\rho 1.18 \text{ g/mL}$)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 氢氧化钠溶液(250 g/L)。

3.5 氨水(1+1)。

3.6 六次甲基四胺缓冲溶液($\text{pH} \approx 5.5$):称取 200 g 六次甲基四胺于 500 mL 烧杯中,用 300 mL 热水将其溶解,溶液冷却后加 30 mL 盐酸(3.2),混匀。

3.7 锌标准溶液, $c(\text{Zn}^{2+}) = 0.02980 \text{ mol/L}$

称取 0.3900 g 纯锌($w > 99.99\%$,去掉表面氧化层)于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 水,30 mL 盐酸(3.3)低温加热至完全溶解。冷却后移入 200 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(3.3)以水稀释至刻度,混匀。

3.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液, $c(\text{EDTA}) = 0.030 \text{ mol/L}$ 。

3.8.1 配制:称取 23 g 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)于 250 mL 烧杯中,以少量水溶解,移入 2 L 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.8.2 标定:分取 25.00 mL 锌标准溶液(3.7)于 250 mL 三角瓶中,加 50 mL 水,1 滴对硝基酚溶液(3.10),用氨水(3.5)调至溶液刚变为黄色,加 5 mL 六次甲基四胺缓冲溶液(3.6),2 滴二甲酚橙指示剂(3.11),用 EDTA 标准溶液(3.8)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即为终点。平行标定 3 份,所消耗 EDTA 标准溶液(3.8.1)体积的极差值应不超过 0.10 mL,取其平均值。

按式(1)计算 EDTA 标准溶液(3.8)的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c —— EDTA 标准溶液(3.8.1)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_0 —— 锌标准溶液(3.7)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);