



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3996—2014

轻烧镁中氟的测定 离子选择电极法

Determination of fluoride content in calcined magnesite—
Ion selective electrode method

2014-11-19 发布

2015-05-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：曾泽、胡晓静、徐静、王健、仇薪越、蒋晓光、谢琰、林晓梅。

轻烧镁中氟的测定 离子选择电极法

1 范围

本标准规定了离子选择电极法测定轻烧镁中氟的方法。

本标准适用于轻烧镁中氟化物(以 F 计)含量的测定。测定范围(质量分数):0.010%~0.15%。

2 规范性引用文件

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。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样用盐酸在微波作用下分解,加入柠檬酸钠作为掩蔽剂,在 pH6~pH6.5 条件下,以氟离子选择电极为测量电极,甘汞电极为参比电极测量电位。由标准溶液测量电位计算出试样中氟含量。

4 试剂

除非另有说明,分析中使用试剂均为优级纯。试验用水应为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 盐酸溶液(1+1)。

4.2 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 50 g 氢氧化钠溶于 250 mL 水中,转入塑料瓶中备用。

4.3 柠檬酸钠溶液(1 mol/L)。

4.4 氟标准储存溶液(1 000 mg/L):称取 2.210 1 g 预先在 105 °C~110 °C 烘干至恒重的氟化钠置于 150 mL 烧杯中,加水溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。转移至干燥的塑料瓶中密封保存。

4.5 氟标准溶液(80 mg/L):移取 80.00 mL 氟标准储存溶液(4.4)放入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。转移至干燥的塑料瓶中密封保存。

4.6 乙醇(分析纯)。

4.7 茜素红 S 指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 茜素红 S 溶于 100 mL 的 25%乙醇(4.6)溶液中。

4.8 镁基体溶液:称取 20.000 g 高纯镁棒(99.99%)放入烧杯中,加入少量水。不断少量多次加入 280 mL 盐酸溶液(4.1)。加入过程中要小心。初始,少量加入盐酸溶液(4.1),防止反应剧烈造成迸溅,待反应稍缓,再继续少量加入盐酸溶液(4.1),直至全部加入。冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释定容。

5 仪器

- 5.1 离子计:灵敏度 0.1 mV,配有氟离子选择电极和双盐桥式甘汞电极。
- 5.2 微波消解仪。
- 5.3 磁力搅拌器和电磁搅拌子。
- 5.4 pH 计及配备的复合电极。
- 5.5 分析天平:感量 0.1 mg。

6 试样制备

试样应通过 75 μm 标准筛。在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干 2 h 以上至恒重,置于干燥器中保存。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.2 g 试样,精确到 0.000 1 g。做两份试料的平行测定。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 分析步骤

7.3.1 试料的分解

将试料(7.1)置于微波消解罐中,缓慢加 10 mL 盐酸溶液(4.1)。盖上微波消解罐盖,装好微波消解罐,置于微波消解仪中升温消解,微波溶解条件参见附录 A。待试样冷却至室温,将微波消解罐中试液移入 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 柠檬酸钠溶液(4.3),加入 3 滴茜素红 S 指示剂(4.7),轻轻摇动下,缓慢滴加氢氧化钠溶液(4.2)至溶液变粉红色但仍有残余的微弱黄色。静置,使试液冷却至室温,再使用 pH 计监测,继续用氢氧化钠溶液(4.2)调整 pH 至 6.0~6.5。用少量水洗出电极,将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容。

7.3.2 工作曲线

准确移取 0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 氟标准溶液(4.5)放入一组 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸溶液(4.1),加入 3.0 mL 镁基体溶液(4.8),加入 20 mL 柠檬酸钠溶液(4.3),加入 3 滴茜素红 S 指示剂(4.7),轻轻摇动下,缓慢滴加氢氧化钠溶液(4.2)至溶液变近粉红色但仍有残余的微弱黄色,静置,使试液冷却至室温,再使用 pH 计监控,用氢氧化钠溶液(4.2)调整 pH 至 6.0~6.5,用少量水洗出电极,将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容。

7.3.3 空白溶液的制备

在 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸溶液(4.1),加入 3.0 mL 镁基体溶液(4.8),加入 20 mL 柠檬酸钠溶液(4.3),加入 3 滴茜素红 S 指示剂(4.7),轻轻摇动下,缓慢滴加氢氧化钠溶液(4.2)至溶液变近粉红色但仍有残余的微弱黄色,静置,使试液冷却至室温,再使用 pH 计监控,用氢氧化钠溶液(4.2)调整 pH 至 6.0~6.5,用少量水洗出电极,将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容。

7.3.4 测定

将试液倒入干燥的 150 mL 烧杯中,加入磁力搅拌子,将烧杯置于电磁搅拌器上,插入测量电极和参比电极,搅拌至电位平稳后,停止搅拌,用离子计测定电位值。标准工作曲线溶液和空白溶液以相同步骤测试。

8 结果计算

轻烧镁中氟化物(以 F 计)的含量 $\omega(\text{F})$,以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$\omega(\text{F}) = \frac{(c - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c —— 由标准工作曲线得到的试样氟浓度值,单位为毫克每升(mg/L);
- c_0 —— 由标准工作曲线得到的空白溶液氟浓度值,单位为毫克每升(mg/L);
- V —— 试液体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试料质量,单位为克(g)。

结果保留 2 位有效数字。

9 精密度

由 9 个实验室对 4 个水平的试样进行方法精密度试验,根据 GB/T 6379.2 计算精密度,结果见表 1。

表 1 精密度

测试元素	水平/%	重复性限 r	再现性限 R
F	0.010~0.15	$r=0.053\ 6y+3.38\times10^{-3}$	$R=0.087\ 7y+2.905\times10^{-3}$
注: y 为两次测定结果的平均值。			

SN/T 3996—2014

附 录 A
(资料性附录)
微波消解仪工作条件

微波消解仪工作条件见表 A. 1。

表 A. 1 微波消解仪工作条件

步 骤	时间/min	功率/kW	温度/℃
1	5	200	180
2	5	400	200
3	5	650	210
4	5	400	180
5	35	0	室温
