



中华人民共和国国家标准

GB/T 22660.3—2008

氟化锂化学分析方法 第3部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法

Chemical analysis methods of lithium fluoride—
Part 3: Determination of fluoride content—
Distillation-thorium nitrate titration volumetric method

2008-12-29 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 22660《氟化锂化学分析方法》分为 8 部分：

- 第 1 部分：试样的制备和贮存；
- 第 2 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 3 部分：氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法；
- 第 4 部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为 GB/T 22660 的第 3 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：多氟多化工股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分主要起草人：薛旭金、师玉萍、施秀华、王建萍、王红星、刘慈军、朱亮、黎志坚、连明霞、赵宝富。

氟化锂化学分析方法

第3部分：氟含量的测定

蒸馏-硝酸钍容量法

1 范围

GB/T 22660 的本部分规定了氟化锂中氟含量的测定方法。

本部分适用于氟化锂中氟含量的测定。测定范围：60%~75%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22660 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 22660.1—2008 氟化锂化学分析方法 第1部分：试样的制备和贮存

3 方法提要

试样直接在酸性条件下用水溶解，经硫酸-水蒸气蒸馏分离氟后，以茜素磺酸钠-次甲基兰作指示剂，用硝酸钍溶液滴定。

4 试剂

4.1 盐酸（约 0.06 mol/L）。

4.2 氢氧化钠溶液（20 g/L）。

4.3 硫酸（2+1）。

4.4 氟化钠（基准）。

4.5 缓冲溶液（pH2.7）：称取 9.45 g 一氯乙酸，溶解于 50 mL 氢氧化钠（4.2）中，用水稀释至 100 mL，混匀。

4.6 硝酸钍标准溶液：

4.6.1 配制：称取 9.45 g 四水合硝酸钍 $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，用水溶解后稀释至 1 L，混匀。

4.6.2 标定：称取 0.200 0 g 预先在 600 °C 灼烧并置于干燥器中冷却的氟化钠（4.4），记下质量为 m_1 。用 20 mL~30 mL 水将氟化钠移入蒸馏烧瓶（5.5.1）中，按分析步骤 7.4.1~7.4.2 进行硝酸钍溶液的标定。同时做空白试验。

4.6.3 计算：

硝酸钍标准滴定溶液的实际浓度（ c ）按公式（1）计算：

$$c = \frac{0.4525 \times m_1 \times 10^3 \times 50/500}{(V_1 - V_2)} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——硝酸钍标准滴定溶液的实际浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

0.4525——氟化钠换算成氟的系数；

m_1 ——称取氟化钠的质量，单位为克（g）；