ICS 77.150.99

CCS H 63

**T/HNNMIA**

团 体 标 准

T/HNNMIA XX-202X

钼酸铵化学分析方法

氟含量的测定

离子选择性电极法

Methods for chemical analysis of Ammonium molybdate-

determination of fluorine content-

ion selective electrode method

（报批稿）

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

**河南省有色金属行业协会** 发布

# 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由洛阳栾川钼业集团股份有限公司提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、栾川县产品质量检验检测中心、栾川龙宇钼业有限公司、洛阳豫鹭矿业有限责任公司、洛阳栾川钼业集团冶炼有限责任公司。

本文件主要起草人：周哲、罗凯、段亚南、杨绍泷、曹伟强、周春仙、贺阁、朱孔贺、姚洪霞、王亚丽、杨亚楠、李延槐、李凤荣、陈杰、王俊杰。

钼酸铵化学分析方法

氟含量的测定

离子选择性电极法

1　范围

本文件描述了离子选择性电极法测定钼酸铵中氟含量的方法。

本文件适用于钼酸铵中氟含量的测定，测定范围：0.0050%～0.10%。

2　规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 20000.1、GB/T 3460-2017界定的术语和定义适用于本部分。

4 原理

试样用氨水溶液分解，用柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液调节酸度，以饱和甘汞电极为参比电极，用离子选择性电极测量氟离子电位，计算氟含量。

5　试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯以上度试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 氨水溶液（1+1）。

5.2 硝酸溶液（1+5）。

5.3 柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液（pH 5.5～6.0）

称取24 g柠檬酸、270 g 柠檬酸三钠，溶于水，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.4 氟标准溶液（1000 µg/mL）

称取2.2100 g预先在120 ℃干燥至恒重的氟化钠（优级纯），溶于水，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含1.0 mg氟。

5.5 氟标准溶液（100 µg/mL）

移取20.00 mL氟标准溶液（5.4）置于200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液1 mL含100 µg氟。

5.6 氟标准溶液（20 µg/mL）

移取20.00 mL氟标准溶液（5.5）置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL含20 µg氟。

5.7 溴甲酚绿溶液（1 g/L）

称取0.1 g溴甲酚绿溶于20 mL乙醇，用水稀释至100 mL，混匀。

6　仪器和设备

6.1 氟离子选择性电极：要求氟含量在 10-1～10-5 mol/L浓度内，电极电位与浓度的负对数呈良好线性关系。

6.2 饱和甘汞电极。

6.3 电位测量仪：离子计、电位计或酸度计。

6.4 磁力搅拌器。

6.5干燥箱，温度能控制在105 ℃±10 ℃。

7　试样

试样通过40目标准试验筛，在干燥箱（6.5）105 ℃±10 ℃干燥2 h，置于干燥器中冷却至室温。

1. 8　测定步骤
2. 8.1　平行测定
3. 独立地进行两次测定，取其平均值。
4. 8.2　空白试验

随同样品做空白试验。

1. 8.3　样品测试

8.3.1 称取1.00 g试样（7），精确至0.1 mg，置于150 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL氨水溶液（5.1），加少量水，于160 ℃电热板上加热至完全溶解，冷却，将试液移入100 mL聚乙烯容量瓶中，用纯水稀释至刻度，混匀。

8.3.2 移取20.00 mL试液于50 mL聚乙烯容量瓶中，加入2滴溴甲酚绿溶液（5.7），用硝酸溶液（5.2）调节溶液恰呈黄色。加入 20 mL柠檬酸-柠檬酸钠缓冲溶液（5.4），用水稀释至刻度，摇匀，倾入干燥的50 mL聚四氟乙烯烧杯中。插入氟离子选择性电极和饱和甘汞电极，在磁力搅拌器的恒速搅拌下，测量平衡时电位值，在工作曲线上查出氟含量。

1. 8.4　工作曲线的绘制

8.4.1 移取0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL氟标准溶液（5.6）于一组50 mL聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，倒入一组干燥的50 mL聚四氟乙烯烧杯中。

8.4.2 分别插入氟离子选择性电极和饱和甘汞电极，在磁力搅拌器的恒速搅拌下，测量平衡时电位值。以电位值（mV）为纵坐标，相应的氟含量（µg）为横坐标，在半对数坐标纸上绘制工作曲线，工作曲线线性r ≥ 0.9995。

1. 9　结果计算

氟含量以氟的质量分数*ωF*计，按公式（1）计算：

 ………………………………………（1）

式中：

*m—*—试料的质量，单位为克（g）；

*m1—*—自工作曲线上查得试液的氟量，单位为微克（µg）；

*v1—*—移取试液体积，单位为毫升（mL）；

*v2—*—定容体积，单位为毫升（mL）；

计算结果保留至小数点后四位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

10　精密度

10.1　重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一试样相互独立进行测试，获得两次独立测试结果的绝对差值应不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5％。重复性限（r）见表1，数据采用内插法或外延法获得。

1. 重复性限（r）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| ωF / % | 0.0084  | 0.0238  | 0.0359  | 0.0840  |
| r / % | 0.0005  | 0.0008  | 0.0012  | 0.0038  |

10.2　再现性

在不同实验室，由不同操作者使用不同设备，按照相同的测试方法，对同一试样相互独立测试，获得的两次独立测试结果的平均值的绝对差值应不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况应不超过5%。再现性限（R）按表2，数据采用内插法或外延法获得。

1. 再现性限（R）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| ωF / % | 0.0084  | 0.0238  | 0.0359  | 0.0840  |
| R / % | 0.0006  | 0.0009  | 0.0013  | 0.0040  |

11　试验报告

试验报告应包括下列信息：

a）测试实验室名称和地址；

b）实验报告发布日期；

c）试样本身必要的详细说明；

d）分析结果；

e）结果的测定次数；

f）测定过程中存在的任何异常特性和本文中没有规定的可能对试样或标准样品分析结果产生影响的任何操作。

