

## 前 言

本标准给出优级纯、分析纯、化学纯三个级别,其中优级纯等效采用 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂—第 3 部分:规格—第二批》“中 R88 氟化钠”。差异如下:

——标准编写:根据我国国情,本标准增列了性状、检验规则、包装及标志三章。

——规格:本标准优级纯比国际标准多澄清度试验一项,水不溶物、碱度、氯化物等三项指标严于国际标准,其他各项与国际标准相同。

——试验:本标准干燥失重的测定方法与国际标准不同,国际标准用灼烧法,本标准采用易于控制温度的烘干法测定,实验表明,结果无显著差异。其他项目均引用我国已制定的一套化学试剂通用试验方法标准中相应的标准。这套标准基本上是采用 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂—第 1 部分:通用试验方法》制定的。

本标准是在 GB 1264—84《化学试剂 氟化钠》标准的基础上修订的,与前版本相比,增加干燥失重一项,取消了钾和铜二项,并为采用国际标准,在规格及试验方法上作了相应的变动。

本标准自生效之日起,同时代替 GB 1264—84。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由重庆化学试剂总厂负责起草。

本标准主要起草人:唐思扬。

本标准于 1977 年首次发布,于 1984 年修订。

中华人民共和国国家标准

化学试剂  
氟化钠

GB/T 1264—1997

代替 GB/T 1264—84

Chemical reagent  
Sodium fluoride

分子式:NaF

相对分子质量:41.99(根据1993年国际相对原子质量)

### 1 范围

本标准规定了化学试剂氟化钠的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 619—88 化学试剂 采样及验收规则
- GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)
- GB/T 9728—88 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9735—88 化学试剂 重金属测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9738—88 化学试剂 水不溶物测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9739—88 化学试剂 铁测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB/T 9742—88 化学试剂 硅酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1:1982)
- GB 15346—94 化学试剂 包装及标志
- HG/T 3—1168—78 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法

### 3 性状

本试剂为白色粉末。有毒,溶于水,几乎不溶于乙醇,其水溶液能腐蚀玻璃。

## 4 规格

表 1

名 称	优级纯	分析纯	化学纯
含量(NaF), %	≥99.0	≥98.0	≥98.0
澄清度试验	合 格	合 格	合 格
水不溶物, %	≤0.01	≤0.05	≤0.1
干燥失重, %	≤0.3	—	—
酸度(以 H <sup>+</sup> 计), mmol/100 g	≤2.5	≤5.0	≤10.0
碱度(以 OH <sup>-</sup> 计), mmol/100 g	≤1.0	≤2.0	≤4.0
氯化物(Cl), %	≤0.002	≤0.005	≤0.01
硫酸盐(SO <sub>4</sub> ), %	≤0.01	≤0.03	≤0.05
氟硅酸盐(SiF <sub>6</sub> ), %	≤0.1	≤0.6	≤1.2
铁(Fe), %	≤0.002	≤0.005	≤0.005
重金属(以 Pb 计), %	≤0.001	≤0.003	≤0.005

## 5 试验

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量。

## 5.1 含量

称取 0.7 g 样品,精确至 0.0001 g。置于塑料杯中,加 25 mL 水溶解,注入强酸性阳离子交换树脂柱中,树脂的处理及再生方法见附录 A(标准的附录),以约 5 mL/min 的流量进行交换,交换液收集于塑料杯中,用水分次洗涤树脂至滴下溶液呈中性。收集交换液和洗涤液,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ ] 滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。同时做空白试验。

含量按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 41.99}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $x_1$ ——氟化钠的质量百分含量, %;

$V_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$ ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

41.99——氟化钠的摩尔质量 [ $M(\text{NaF})$ ], g/mol;

$m$ ——样品的质量, g。

## 5.2 澄清度试验

称取 2.5 g 样品,置于塑料杯中,溶于 100 mL 沸水中,其浊度不得大于 HG/T 3—1168—78 中规定的下列澄清度标准:

优级纯……………2号;

分析纯……………4号;

化学纯……………6号。

## 5.3 水不溶物

称取 10 g 样品,置于塑料杯中,溶于 250 mL 沸水中,冷却至室温后,按 GB/T 9738 之规定测定。

#### 5.4 干燥失重

称取 2 g 样品,精确至 0.0001 g。置于已在 105℃±2℃ 干燥至恒重的称量瓶中,于 105℃±2℃ 的电烘箱中干燥至恒重。

干燥失重按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $x_2$ ——干燥失重, %;

$m_1$ ——干燥前样品的质量, g;

$m_2$ ——干燥恒重后样品的质量, g。

#### 5.5 酸度

称取 2 g 样品,置于塑料杯中,加 60 mL 无二氧化碳的水溶解,加 10 mL 硝酸钾溶液(300 g/L),冷却至 0℃,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),如溶液无色,用氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ ] 滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s。氢氧化钠标准滴定溶液的用量不得大于:

优级纯……………0.5 mL;  
分析纯……………1.0 mL;  
化学纯……………2.0 mL。

#### 5.6 碱度

称取 2 g 样品,置于塑料杯中,加 60 mL 无二氧化碳的水溶解,加 10 mL 硝酸钾溶液(300 g/L),冷却至 0℃,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),如溶液呈粉红色,用盐酸标准滴定溶液 [ $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ ] 滴定至溶液粉红色消失。盐酸标准滴定溶液的用量不得大于:

优级纯……………0.2 mL;  
分析纯……………0.4 mL;  
化学纯……………0.8 mL。

#### 5.7 氯化物

称取 0.5 g 样品,置于塑料杯中,加 15 mL 硼酸溶液(40 g/L)溶解,加 4 mL 硝酸溶液(25%)及 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),稀释至 25 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯……………0.010 mg Cl;  
分析纯……………0.025 mg Cl;  
化学纯……………0.050 mg Cl。

与样品同时同样处理。

#### 5.8 硫酸盐

称取 0.5 g 样品,置于铂皿中,加 5 mL 水及 10 mL 盐酸,在水浴上蒸干,再重复操作两次。残渣溶于适量水中(必要时过滤),稀释至 50 mL。取 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 之规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

优级纯……………0.02 mg  $\text{SO}_4$ ;  
分析纯……………0.06 mg  $\text{SO}_4$ ;  
化学纯……………0.10 mg  $\text{SO}_4$ 。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

#### 5.9 氟硅酸盐

称取 0.5 g 样品,置于塑料杯中,加 20 mL 硼酸溶液(40 g/L)溶解,稀释至 100 mL。取 3 mL,稀释至 5 mL,加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加硫酸溶液(5%)至溶液黄色刚刚消失,稀释至 10 mL

后,按 GB/T 9742 之规定测定。溶液所呈蓝色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取 1 mL 试验溶液及含下列数量的硅酸盐标准溶液:

优级纯·····0.005 mg SiO<sub>3</sub>;

分析纯·····0.030 mg SiO<sub>3</sub>;

化学纯·····0.060 mg SiO<sub>3</sub>。

稀释至 5 mL,与同体积试液同时同样处理。

#### 5.10 铁

称取 1 g 样品,置于塑料杯中,加 15 mL 硼酸溶液(40 g/L)溶解,稀释至 100 mL。取 10 mL,稀释至 15 mL,用盐酸溶液(15%)将溶液 pH 值调至 2 后,按 GB/T 9739 之规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

优级纯·····0.002 mg Fe;

分析纯、化学纯·····0.005 mg Fe。

稀释至 15 mL,与同体积试液同时同样处理。

#### 5.11 重金属

称取 2 g 样品,置于塑料杯中,加 5 mL 水及 10 mL 盐酸,在水浴上蒸干,再重复操作两次。残渣溶于少量水,用氨水溶液(10%)将溶液 pH 值调至 4,稀释至 20 mL。取 15 mL,按 GB/T 9735 之规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液的制备是取剩余的 5 mL 试液及含下列数量的铅标准溶液:

优级纯·····0.01 mg Pb;

分析纯·····0.03 mg Pb;

化学纯·····0.05 mg Pb。

稀释至 15 mL,与同体积试液同时同样处理。

### 6 检验规则

按 GB/T 619 之规定进行采样及验收。

### 7 包装及标志

按 GB 15346 之规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3;

标签应注明“毒害品”。

## 附录 A

(标准的附录)

### 强酸性阳离子交换树脂的处理和再生方法

#### A1 仪器

A1.1 交换柱材料:聚乙烯管;

A1.2 交换柱内径:10 mm~20 mm;

A1.3 树脂床高度:约 400 mm(膨胀后树脂体积占交换柱高度的 2/3);

A1.4 树脂颗粒度:0.2 mm~0.8 mm。

#### A2 处理方法

取适量的强酸性阳离子交换树脂于烧杯中(干树脂,应先用饱和氯化钠溶液浸泡,再逐步稀释氯化钠溶液,以免树脂膨胀而破碎),用水漂洗至澄清后,加水浸泡 12 h~24 h,使其充分膨胀。排去水后,加入乙醇(95%)浸泡 24 h。用水洗至无醇味后,加入盐酸溶液(1+3)浸泡 2 h~3 h,用水洗至中性,加入氢氧化钠溶液(100 g/L),浸泡 2 h~3 h,水洗至中性,再用盐酸溶液(1+3)漂洗,并浸泡 24 h,经常搅拌。用盐酸溶液(1+3)漂洗三次。

将经上述处理的树脂装入交换柱中,用 400 mL 盐酸溶液(1+3)以 10 mL/min 的流量洗涤树脂,再用水洗至洗液呈中性。用水浸泡,备用。

#### A3 再生方法

将失效的强酸性阳离子交换树脂移入烧杯中,用盐酸溶液(1+3)漂洗三次,并浸泡 24 h,经常搅拌。将盐酸溶液排尽,再用盐酸溶液(1+3)漂洗三次。

将经上述处理的树脂装入交换柱,用 400 mL 盐酸溶液(1+3)以 10 mL/min 的流量洗涤树脂,再用水洗至滴下溶液呈中性。用水浸泡,备用。

---

