ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.9—2000

锌精矿化学分析方法 氟量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of fluorine content

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前　言

本标准是对 GB/T 8151.9—1987《锌精矿化学分析方法　离子选择电极法测定氟量》的重新确认，只进行编辑性修改。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表述规则　第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978　冶金产品化学分析标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，同时代替 GB/T 8151.9—1987。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院、葫芦岛锌厂起草。

本标准主要起草人：李贤伟、李合庆。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 氟量的测定

GB/T 8151.9—2000

代替 GB/T 8151.9—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of fluorine content

1 范围

本标准规定了锌精矿中氟含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中氟含量的测定。测定范围：0.050%～0.50%。

2 方法提要

试料以氢氧化钾熔融分解，用水浸出熔融物后过滤，使氟与铁、铅等元素分离，然后用硝酸调节溶液的酸度，用柠檬酸铵调节离子强度，采用电极电位仪，以饱和甘汞电极为参比电极，氟离子选择性电极为指示电极测定氟。

3 试剂

3.1 氢氧化钾，优级纯。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 柠檬酸铵溶液：称取 243 g 柠檬酸铵，溶于约 700 mL 水中，用硝酸(3.2)调至 pH6.0～6.5，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

3.4 溴甲酚绿指示剂：称取 0.1 g 溴甲酚绿，溶于 20 mL 乙醇(无水)中，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.5 氟标准贮存溶液：称取 2.211 0 g 预先在 120℃干燥 2 h 的氟化钠(优级纯)，溶于水并稀释至 1 000 mL，混匀，移入干燥塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 1 mg 氟。

3.6 氟标准溶液：移取 50.00 mL 氟标准贮存溶液(3.5)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氟。

3.7 氟标准溶液：移取 50.00 mL 氟标准溶液(3.6)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，移入干燥的塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 氟。

4 仪器

4.1 氟离子选择电极：要求氟含量在 10^{-1}～10^{-5} mol/L 内，电极电位与浓度的负对数呈良好线性关系。电极在使用前，应在 10^{-3} mol/L 的氟化钠溶液中浸泡 1 h 进行活化，然后以水洗至含氟不大于 10^{-5} mol/L后方能进行测定。

4.2 饱和甘汞电极。

4.3 电位测量仪：精度 0.1 mV。

4.4 电磁搅拌器。

国家质量技术监督局 2000-02-16 批准　　2000-08-01 实施

5 试样

5.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

5.2 样品预先在 105℃±5℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.500 0 g±0.000 1 g 试料。

独立地进行二次测定，取其平均值。

6.2 试料空白溶液

在不含试料的 30 mL 镍坩埚中，按 6.3.1～6.3.3 条进行。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 30 mL 镍坩埚中，加入 6 g 氢氧化钾，加盖，在围有石棉圈的小电炉上加热熔化、混匀。置于已升温至 600～650℃的高温炉中熔融 10 min，取出稍冷。

6.3.2 将坩埚与熔融物置于预先盛有 50 mL 热水的 250 mL 烧杯中，盖上表皿，加热浸取熔融物，用水洗净表皿、坩埚及坩埚盖后冷至室温。

6.3.3 将溶液连同沉淀一起移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤。

6.3.4 移取 10.00 mL 滤液，置于 50 mL 容量瓶中，加 1 滴溴甲酚绿指示剂，用硝酸中和至溶液呈稳定黄色，加 20 mL 柠檬酸铵溶液，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.5 将溶液全部移入干燥的 100 mL 烧杯中，放进搅拌棒，插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极，在电磁搅拌下，于电位测量仪上测量平衡电位值(平衡电位是指电极电位每分钟的变化不大于 0.2 mV)。

6.4 工作曲线的绘制

移取 1.00、2.50、5.00 mL 氟标准溶液(3.7)和 1.00、2.50 mL 氟标准溶液(3.6)，分别于一组 50 mL容量瓶中，加 10 mL 试料空白溶液(6.2)，加 1 滴溴甲酚绿指示剂，用硝酸中和至溶液呈稳定黄色，加 20 mL 柠檬酸铵溶液，用水稀释至刻度，混匀。以下按 6.3.5 条进行。按氟浓度由低到高的次序与试料同时进行测定，在半对数坐标纸上，以氟离子浓度值为横坐标，电位值为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算氟的百分含量：

$$F(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：c——自工作曲线上查得的氟浓度，mg/mL；

V_0——试液的总体积，mL；

V_1——分取试液的体积，mL；

V_2——测定溶液的体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数；若氟含量小于 0.10%时，表示至三位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

氟 含 量	允 许 差
0.050～0.10	0.020
>0.10～0.30	0.03
>0.30～0.50	0.05