



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.12—2010  
代替 GB/T 14506.12—1993

---

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 12 部分：氟量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 12: Determination of fluorine content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钡量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 12 部分。

本部分代替 GB/T 14506.12—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 离子选择性电极法测定氟量》。

本部分与 GB/T 14506.12—1993 相比主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。



**GB/T 14506.12—2010**

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：黑龙江省地质矿产测试应用研究所、国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：葛艳梅、潘河、王苏明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.12—1993。



# 硅酸盐岩石化学分析方法

## 第 12 部分：氟量测定

**警示——**使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中氟量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中氟量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中氟量的测定。

测定范围:0.02%~2%的氟量。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

### 3 原理

试料用碱熔,水提取分离大部分金属离子,在 pH6~pH8 的柠檬酸钠介质中,以氟离子选择性电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极,在离子计上测量溶液的电位差,计算氟量。

### 4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

#### 4.1 过氧化钠。

#### 4.2 氢氧化钠。

#### 4.3 乙醇。

#### 4.4 乙醇(1+1)。

#### 4.5 硝酸(1+1)。

#### 4.6 氢氧化钾溶液(100 g/L)。

4.7 柠檬酸钠缓冲溶液  $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1 \text{ mol/L}$ :称取 294 g 柠檬酸钠溶解于 900 mL 水中,加 10 mL 硝酸(4.5),加水至 1 000 mL,pH 为  $6.5 \pm 0.1$ 。

#### 4.8 氟标准溶液:

- 氟标准储备溶液(1.00 mg/mL):称取 2.210 1 g 预先经 105 °C 干燥 2 h 的优级纯氟化钠(NaF),置于塑料烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,立即用水稀释至刻度,摇匀。迅速转入干塑料瓶中保存;
- 氟标准工作溶液(100.0  $\mu\text{g/mL}$ ):分取 20.0 mL 氟标准溶液[4.8a)],置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。转入干塑料瓶中保存;
- 氟标准工作溶液(10.0  $\mu\text{g/mL}$ ):分取 10.0 mL 氟标准溶液[4.8b)],置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。转入干塑料瓶中保存。用时现配。

4.9 酚红乙醇溶液(5 g/L):称取 0.5 g 酚红指示剂溶解于 100 mL 乙醇(4.4)中。

5 仪器和设备

- 5.1 天平:三级,感量 0.1 mg。
- 5.2 氟电极。
- 5.3 甘汞参比电极。
- 5.4 离子计或 pH 计。
- 5.5 电磁搅拌器。

6 试样

- 6.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。
- 6.2 试样应在 105  $^{\circ}\text{C}$  预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

7.2 试料量

根据 F 含量范围按表 1 称取试料量和分取试料溶液。

表 1 试料量与分取试料溶液

含量范围/ %	试料量/ g	分取滤液 A/ mL
<0.5	0.5	25.00
0.5~1	0.5	10.00
>1~2	0.5	5.00

7.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(7.2)置于预先加入 2 g 过氧化钠(4.1)的镍坩埚中,混匀,加 3 g 氢氧化钠(4.2),盖上坩埚盖,放入已升温至 650  $^{\circ}\text{C}$  的高温炉中熔融 10 min,取出冷却。放入 200 mL 烧杯中,用 50 mL 热水加热浸取,作用完后,洗出坩埚与坩埚盖,加几滴乙醇(4.3),加热煮沸 3 min~5 min,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

注:为了控制溶液离子强度一致,所加入的各种试剂应定量称准加入。

7.5.2 测定溶液的准备

按(7.2)分取经过滤或澄清的溶液(7.5.1)于 50 mL 容量瓶中,加 5.0 mL 柠檬酸钠溶液(4.7),摇匀。加 2 滴酚红指示剂(4.9),用硝酸(4.5)中和至由红变黄色,补加 10.0 mL 柠檬酸钠溶液(4.7),用水稀释至刻度,摇匀。

注:由于氟含量高低不一,分取溶液体积也就不一致,为此不足部分应补加空白溶液使体积相同。

7.5.3 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 氟标准溶液[4.8c)]和 5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 氟标准溶液[4.8b)],置于一系列 50 mL 容量瓶中,加入与分取试料溶液相同体积的空白溶液,以下按(7.5.2)分析步骤进行。

7.6 测量

将溶液(7.5.2)倒入 50 mL 烧杯中,插入氟电极和参比电极,接好离子计,开动搅拌器,4 min 后读取电位值。

注 1: 为了得到准确结果,先快速初测一遍,记下读数,然后由低浓度至高浓度的顺序,标准溶液与试料溶液穿插排列依次进行测量。

注 2: 电极响应时间与氟含量有关,随着浓度减低,响应时间随之增加。一般氟的浓度  $c(\text{F})=1\times 10^{-3}\text{ mol/L}$ ,氟在 4 min 内可基本稳定。

7.7 校准曲线绘制

在半对数坐标纸上,以氟浓度为横坐标,测量的电位值(mV)为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查得相应的氟量。

8 结果计算

计算结果以质量分数  $w(\text{F})$  计,数值以 % 表示,按下式计算氟量。

$$w(\text{F})=\frac{m_1V\times 10^{-6}}{mV_1}\times 100$$

式中:

$m_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液的氟量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

分析结果表示至小数点后第二位。

9 精密度

硅酸盐岩石中氟量测定结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 %

成 分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
F	0.10~0.24	$r=0.003+0.099\ 0m$	$R=0.008+0.089\ 6m$
注: 本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
硅酸盐岩石化学分析方法  
第 12 部分：氟量测定

GB/T 14506.12—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

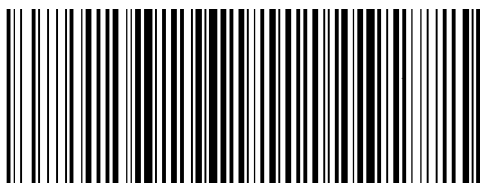
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

\*

书号：155066·1-40956

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533



GB/T 14506.12—2010