

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 509.9—2008
代替 YS/T 509.10—2006

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 氟量的测定 离子选择电极法

Methods for chemical analysis of spodumene and lepidolite
concentrates—Determination of fluorine content—
Ion selective electrode method

买化验设备，找秋龙仪器，靠谱
资料提供：长沙市秋龙仪器设备有限公司

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 509《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法》共有 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锂、氧化钠和氧化钾量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：氧化物和氧化铯量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：二氧化硅量的测定 重量-钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：三氧化二铝量的测定 EDTA 络合滴定法；
- 第 5 部分：三氧化二铁量的测定 EDTA 络合滴定法、邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 6 部分：五氧化二磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 7 部分：氧化铍量的测定 铬天青 S-CTMAB 分光光度法；
- 第 8 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：一氧化锰量的测定 过硫酸盐氧化分光光度法；
- 第 11 部分：烧失量的测定 重量法。

本部分为第 9 部分。

本部分代替 YS/T 509.10—2006《锂辉石、锂云母精矿化学分析方法 离子选择电极法测定锂云母中氟量》(原 GB/T 3885.10—1983)。

本部分与 YS/T 509.10—2006 相比主要有如下变动：

- 对文本格式进行了重新编辑；
- 补充了质量保证和控制条款，增加了重复性条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由新疆有色金属研究所负责起草。

本部分由建中化工总公司参加起草。

本部分主要起草人：关玉珍、王宏川、支红军、王家仪。

本部分主要验证人：陈燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3885.10—1983、YS/T 509.10—2006。

锂辉石、锂云母精矿化学分析方法

氟量的测定

离子选择电极法

1 范围

本部分规定了锂辉石、锂云母精矿中氟含量的测定方法。

本部分适用于锂辉石、锂云母精矿中氟含量的测定。测定范围：1.00%~10.00%。

2 方法提要

试料用氢氧化钠、过氧化钠熔融分解，在 pH7 的柠檬酸钠-硝酸钾络合缓冲溶液中，采用标准加入法，用氟离子选择电极测定氟。

铝严重干扰氟的测定。于碱性溶液中加入柠檬酸钠-硝酸钾混合溶液，调至 pH7，可消除 10 mg 三氧化二铝的干扰。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.1 过氧化钠。

3.2 氢氧化钠。

3.3 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 盐酸(1+49)。

3.6 1 mol/L 柠檬酸钠-0.2 mol/L 硝酸钾混合溶液：称取 294 g 柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 20 g 硝酸钾，置于 1 000 mL 烧杯中，加 700 mL 水，溶解，在酸度计上用盐酸(3.4 和 3.5)和氢氧化钠溶液(3.3)调至 pH7，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.7 氟标准溶液

3.7.1 称取 4.420 2 g 预先在 105 ℃~110 ℃烘 2 h 并置于干燥器中冷至室温的氟化钠(优级纯)，置于 250 mL 烧杯中，用水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 2.0 mg 氟。

3.7.2 移取 25.00 mL 氟标准溶液(3.7.1)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 100 μg 氟。

3.7.3 移取 50.00 mL 氟标准溶液(3.7.2)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移入干塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 10 μg 氟。

3.8 含氟溶液：移取 10 mL 氟标准溶液(3.7.2)，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 柠檬酸钠-硝酸钾混合溶液(3.6)，加入 30 mL 水，混匀。

4 仪器

4.1 酸度计：精度 0.02pH。

4.2 离子计或数字电压表：精度±0.1 mV。

4.3 氟离子选择电极：测定前应将电极在含氟溶液(3.8)中浸泡 0.5 h，取出，用水清洗至说明书的规定

值,然后进行试样测定。

5 试样

5.1 锂辉石精矿应通过筛孔为 0.074 mm 的筛网,锂云母精矿应通过筛孔为 0.105 mm 的筛网。

5.2 试样预先在 105 ℃~110 ℃烘 2 h,置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

做两份试料的平行测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 30 mL 镍坩锅中,加入 3 g 氢氧化钠(3.2)和 0.5 g 过氧化钠(3.1),于电炉上驱除水分,置于 600 ℃~650 ℃高温炉中熔融 5 min~10 min,取出,冷却。

6.4.2 用滤纸擦净坩锅外壁,置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,用热水浸取熔融物,洗净坩锅,取出,将溶液冷却至室温。

6.4.3 将溶液(6.4.2)移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置。

6.4.4 移取 10.00 mL 上层清液(6.4.3),置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 柠檬酸钠-硝酸钾混合溶液(3.6),在酸度计上用盐酸(3.4 和 3.5)和氢氧化钠溶液(3.3)调至 pH7,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.5 将试液(6.4.4)全部倒入 100 mL 干烧杯中,置于电磁搅拌器上,插入氟电极和甘汞电极,接通离子计,测量其动态平衡电位,记录毫伏值(E_1)。再用微量移液管加入 0.20 mL~0.50 mL 氟标准溶液(3.7.1),测量其动态平衡电位,记录毫伏值(E_2)。所加氟标准溶液(3.7.1)的量应使 $E_1 - E_2$ 之值在 15 mV~40 mV 之间。

注 1: 在测量过程中,应保持温度一致。

注 2: 动态平衡电位系指在搅拌状态下,电极电位的变化每分钟不大于 0.2 mV。

6.4.6 将氟电极清洗至说明书的规定值。

6.5 斜率的测定

6.5.1 移取 10.00 mL 氟标准溶液(3.7.3)和 10.00 mL 氟标准溶液(3.7.2),分别置于两个 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 随同试料的空白溶液(6.3)和 10 mL 柠檬酸钠-硝酸钾混合溶液(3.6),在酸度计上用盐酸(3.4)和(3.5)和氢氧化钠溶液(3.3)调至 pH7,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。将溶液倒入 100 mL 干烧杯中,置于电磁搅拌器上,插入氟电极和甘汞电极,接通离子计,测量其动态平衡电位,记录毫伏值(E_A 和 E_B)。 $E_A - E_B$ 即为电极斜率 S 。

6.5.2 用水清洗电极至说明书的规定值。

7 分析结果计算

氟的质量分数 w ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1}{10 \left(\frac{E_1 - E_2}{S} \right) - 1} \times \frac{2.5}{m_0} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——加入氟标准溶液的量,单位为毫克(mg);

E_1 ——试样溶液测得的动态平衡电位,单位为毫伏(mV);

E_2 ——试样溶液加入氟标准溶液后测得的动态平衡电位,单位为毫伏(mV);

S ——电极斜率;

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围,这两次结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)情况不超过5%。重复性限(r)按表1数据采用线性内插法求得:

表 1

氟的质量分数/%	1.33	3.07	5.90
重复性(r)/%	0.20	0.22	0.40

8.2 允许差

实验室之间分析结果差值应不大于表2所列允许差。

表 2

氟质量分数/%	允许差/%
1.00~3.00	0.25
>3.00~10.00	0.40

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时,也可用控制样代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。