

铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 1 部分：氧化铍量的测定 磷酸盐重量法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and beryl—
Part 1: Determination of beryllium oxide content—
Phosphate gravimetry

中华人民共和国有色金属
行业标准
铍精矿、绿柱石化学分析方法
第 1 部分：氧化铍量的测定
磷酸盐重量法
YS/T 254.1—2011

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 8 千字
2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

书号: 155066·2-23609 定价 14.00 元

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)68510107



YS/T 254.1—2011

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.500 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立的进行三次测定,取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于铂皿中,加入 5 g 氟氢化钾(3.1),在电炉上驱除水分,移入 850 °C 高温炉中熔融至透明,取出,冷却。

5.3.2 向铂皿中加入 5 mL 硫酸(3.2),在电炉上小心溶解并蒸发至无大量硫酸烟。

5.3.3 将铂皿移入 700 °C 高温炉中熔融至透明,取出,冷却。

5.3.4 擦净铂皿外壁,用热水浸取熔融物于 400 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸(3.3),加热煮沸使溶液清亮。

5.3.5 向烧杯中加入 3 mL 过氧化氢(3.4),10 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.9),8 mL 磷酸氢二铵溶液(3.8),用氨水(3.5)中和至出现明显的沉淀,搅拌下慢慢加入 20 mL 乙酸铵溶液(3.10),加热煮沸 2 min~3 min。

5.3.6 将烧杯置于沸水浴中保温,使沉淀转化为晶形沉淀,冷却,放置 4 h 以上。

5.3.7 用慢速定量滤纸过滤,用热硝酸铵溶液(3.11)洗涤烧杯和沉淀 4~5 次。

5.3.8 用 20 mL 热盐酸溶液(3.6)从漏斗上溶解沉淀于原烧杯中,用热水洗涤滤纸数次,用水稀释溶液至体积约为 100 mL。

5.3.9 向烧杯中加入 1 mL 过氧化氢(3.4),5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(3.9),4 mL 磷酸氢二铵溶液(3.8),用氨水(3.5)中和至出现明显的沉淀。搅拌下慢慢加入 20 mL 乙酸铵溶液(3.10),加热煮沸 2 min~3 min。

5.3.10 将烧杯置于沸水浴中保温,使沉淀转化为晶形沉淀,冷却,放置 4 h 以上。

5.3.11 用慢速定量滤纸过滤,用半张滤纸擦净烧杯,用热硝酸铵溶液(3.11)洗涤至无氯离子[用硝酸银(3.12)检验]。

5.3.12 将沉淀连同滤纸置于已恒量的坩埚(瓷或刚玉)中,小心干燥、灰化,置于 1 000 °C 高温炉中灼烧 2 h,取出,稍冷后置于干燥器中冷却至室温,称量。再将坩埚放入 1 000 °C 高温炉中灼烧 1 h,取出,稍冷后置于干燥器中冷却至室温,称至恒量。

6 分析结果的计算与表述

氧化铍含量以氧化铍的质量分数 w_{BeO} 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_{\text{BeO}} = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.2606}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——沉淀加坩埚质量,单位为克(g);

m_1 ——坩埚质量,单位为克(g);

m_0 ——试料质量,单位为克(g);

0.2606 ——焦磷酸铍换算为氧化铍的换算因数。

前 言

YS/T 254《铍精矿、绿柱石化学分析方法》分为七个部分:

——第 1 部分:氧化铍量的测定 磷酸盐重量法;

——第 2 部分:三氧化二铁量的测定 EDTA 滴定法、磺基水杨酸分光光度法;

——第 3 部分:磷量的测定 磷钼钒酸分光光度法;

——第 4 部分:氧化锂量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 5 部分:氟量的测定 离子选择电极法;

——第 6 部分:氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 7 部分:水分量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 254 的第 1 部分。

本部分代替 YS/T 254.1—1994《铍精矿-绿柱石化学分析方法 磷酸盐重量法测定氧化铍量》(原 GB/T 5870.1—1986)。

本部分与 YS/T 254.1—1994 相比主要变化如下:

——“络合剂乙二胺四乙酸”改为“乙二胺四乙酸二钠”;

——增加了重复性条款;

——对文本格式进行了重新编辑,增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:湖南水口山有色金属集团有限公司、新疆有色金属研究所、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人:谢奕斌、李青春、曾庆阳、伍惠、关玉珍、宋薇娜、邝淑云、王晓明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 5870.1—1986、YS/T 254.1—1994。