

GB/T 3884.5—2012

- 试样；
- 使用的标准, GB/T 3884.5—2012；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

GB/T 3884.5—2012

ICS 77.120.60
H 13

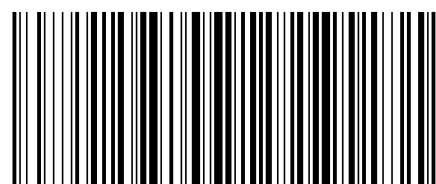


中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.5—2012
代替 GB/T 3884.5—2000

铜精矿化学分析方法 第5部分:氟量的测定 离子选择电极法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 5: Determination of fluoride content—
Ion selective electrode method



GB/T 3884.5—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47129

定价: 14.00 元

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

指示剂(3.11),用硝酸(3.4)调至溶液刚变黄色。加入 5 mL 三乙醇胺溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。将溶液全部倒入干燥的 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,在电磁搅动情况下,于电位测量仪上测量平衡电位值,按氟离子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的质量浓度值为横坐标,电位值为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

氟的含量以质量分数 w_F 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_F = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得氟的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后二位。若氟含量小于 0.10%时,保留至小数点后三位。

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内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得:

表 2 重复性限

$w_F/\%$	0.020	0.049	0.12	0.19	0.51
$r/\%$	0.006	0.011	0.02	0.03	0.04

8.2 再现性

在再现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内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性(R)的情况不超过 5%,再现性(R)按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得:

表 3 再现性限

$w_F/\%$	0.020	0.049	0.12	0.19	0.51
$R/\%$	0.008	0.015	0.02	0.03	0.05

9 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容:

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜精矿化学分析方法
第 5 部分:氟量的测定
离子选择电极法
GB/T 3884.5—2012

*

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 9 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号:155066·1-47129 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

好的线性关系。电极在使用前应在 10^{-3} mol/L 的氟化钠溶液中浸泡 1 h,使之活化,然后以水洗至洗涤液含氟不大于 10^{-6} mol/L 后方能测定。

- 4.2 饱和甘汞电极。
4.3 电位测定仪:精度 0.1 mV。
4.4 电磁搅拌器。

5 试样

- 5.1 样品粒度应不大于 100 μm 。
5.2 样品应在 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 1 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

氟的质量分数/%	试料量/g
0.010~0.050	1.00
>0.050~0.10	0.50
>0.10~0.25	0.40
>0.25~0.50	0.35

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

在不含试料的 30 mL 镍坩埚中按 6.3.1~6.3.3 操作,此溶液供 6.4 用。

6.3 测定

- 6.3.1 将试料(6.1)置于 30 mL 镍坩埚中,加入 6 g 氢氧化钠(3.1),在电炉上加热溶化脱水,混匀。置于已升至 600 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中熔融 10 min,取出,将熔融物均匀摇动于坩埚内壁上,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,盖上表面皿,加热浸取熔融物,用水洗净表面皿、坩埚及玻璃棒。
6.3.3 将溶液用水稀释至 80 mL 左右,加热煮沸 1 min,冷却后将溶液连同沉淀一起移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。
6.3.4 移取 5.00 mL 或 10.00 mL 滤液,置于 50 mL 容量瓶中,加入 15 mL 柠檬酸钠溶液(3.6),1 滴苯酚红指示剂(3.11),用硝酸(3.4)调至溶液刚变黄色。
6.3.5 加入 5 mL 三乙醇胺溶液(3.7),用水稀释至刻度,混匀。
6.3.6 将溶液全部倒入干燥的 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,在电磁搅动情况下,于电位测量仪上测量平衡电位值。

注 1: 平衡电位系指搅拌状态下,电极电位的变化不大于 0.2 mV/min。

注 2: 称样量和试液分取量可作适当调整,使其测得的电位值在(6.4)工作曲线内。

- 6.4 工作曲线的绘制:移取 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 氟标准溶液(3.10),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 空白溶液(6.2),加入 15 mL 柠檬酸钠溶液(3.6),1 滴苯酚红

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为 14 个部分:

- 第 1 部分:铜量的测定 碘量法;
- 第 2 部分:金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法;
- 第 3 部分:硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法;
- 第 4 部分:氧化镁量的测定 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:铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 8 部分:锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 9 部分:砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法;
- 第 10 部分:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 11 部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;
- 第 13 部分:铜量测定 电解法;
- 第 14 部分:金和银量测定 火试金重量法和原子吸收光谱法。

本部分为第 5 部分。

本部分代替 GB/T 3884.5—2000《铜精矿化学分析方法 氟量的测定》,与 GB/T 3884.5—2000《铜精矿化学分析方法 氟量的测定》相比,主要发生了如下变动:

- 对文本格式进行了修改;
- 补充了精密度和试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位:江西铜业股份有限公司。

本部分参加起草单位:中条山有色金属集团有限公司、北京矿冶研究总院、阳谷祥光铜业有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分主要起草人:许俐玲、邱继英、罗智、李文卿、史延霞、张光华、李晓瑜、魏文、胡军凯、李静、姜求韬、韩晓、张永中、张晓天。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3884.6—1983、GB/T 3884.5—2000。