

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

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：氧化铷和氧化铯量的测定 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 °C~110 °C 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