

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 254.5—2011
代替 YS/T 254.5—1994

铍精矿、绿柱石化学分析方法 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法

Methods for chemical analysis of beryllium concentrate and beryl—
Part 5: Determination of fluorine content—
Ion selective electrode method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

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 5 部分。

本部分代替 YS/T 254.5—1994《铍精矿、绿柱石化学分析方法 离子选择电极法测定氟量》(原 GB/T 5870.5—1986)。

本部分与 YS/T 254.5—1994 相比主要变化如下：

- 将钛铁试剂和磺基水杨酸溶液分开配制；改用“磺基水杨酸溶液”代替“盐酸”对溶液 pH 值进行调节；并将“加入 10 mL 钛铁试剂-磺基水杨酸离子强度调节液，在酸度计上用盐酸和氢氧化钠调至 pH 7.5”改为“加入 5 mL 钛铁试剂、5 mL 磺基水杨酸溶液，在酸度计上用氢氧化钠和磺基水杨酸溶液调至 pH 7.5”；
- 试料熔融之前的操作改为“将试料置于铁坩埚中，先加入 4 g 氢氧化钠置于电炉上驱除水分，再覆盖 1 g 过氧化钠”；
- 对“工作曲线的绘制”方法及计算公式作了修改；
- 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：湖南有色金属研究院、新疆有色金属研究所、湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分主要起草人：谭平生、李青春、李兵、邹智、庞文林、关玉珍、王宏川、谢奕斌、黄海波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5870.5—1986、YS/T 254.5—1994。

铍精矿、绿柱石化学分析方法

第5部分：氟量的测定

离子选择电极法

1 范围

YS/T 254 的本部分规定了铍精矿、绿柱石中氟量的测定方法。

本部分适用于铍精矿、绿柱石中氟的测定。测定范围为 0.050%~5.00%。

2 方法原理

试料用氢氧化钠-过氧化钠熔融分解,以钛铁试剂和磺基水杨酸为离子强度调节液,于 pH 7.5 用氟离子选择电极测定氟量。

铝、铍严重干扰氟的测定。在测定条件下,可以消除 10 mg 铝和 15 mg 氧化铍的干扰。

3 试剂

3.1 过氧化钠。

3.2 氢氧化钠。

3.3 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.4 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

3.5 钛铁试剂(150 g/L):称取 75 g 钛铁试剂于 250 mL 烧杯中,加适量水,加热溶解后冷却,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

3.6 磺基水杨酸溶液(400 g/L):称取 200 g 磺基水杨酸溶液于 250 mL 烧杯中,用水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.7 氟标准贮存溶液:称取 2.210 2 g 预先在 105 °C~110 °C 下烘 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的氟化钠(优级纯),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入干燥、洁净的塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 相当于 1.0 mg 氟。

3.8 氟标准溶液:移取 50.00 mL 氟标准溶液(3.7),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入干燥、洁净的塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 氟。

3.9 氟标准溶液:移取 50.00 mL 氟标准溶液(3.8)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入干燥、洁净的塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 相当于 0.01 mg 氟。

4 仪器

4.1 酸度计:精度 0.02 pH。

4.2 离子计或数字电压表:精度 ± 0.1 mV。

4.3 电磁搅拌器。

4.4 氟离子选择电极:测定前应先将电极按使用说明的规定进行处理。