



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.15—2017
代替 GB/T 1819.15—2006

锡精矿化学分析方法 第 15 部分：氟量的测定 离子选择电极法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Part 15: Determination of fluorine content—
The ion-selective electrode method

2017-09-29 发布

2018-04-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锡精矿化学分析方法
第 15 部分：氟量的测定
离子选择电极法
GB/T 1819.15—2017

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2017 年 10 月第一版

*

书号：155066·1-58284

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 1819《锡精矿化学分析方法》分为 21 个部分：

- 第 1 部分：水分的测定 热干燥法；
- 第 2 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷铈钼蓝分光光度法和碘滴定法；
- 第 6 部分：铋量的测定 孔雀绿分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铊量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 10 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法和碘酸钾滴定法；
- 第 11 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 12 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氢氧化钠滴定法；
- 第 13 部分：氧化镁、氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 16 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：钙、镁、铜、铅、锌、砷、铋、铊、银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 1819 的第 15 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 1819.15—2006《锡精矿化学分析方法 氟量的测定 离子选择电极法》，

本部分与 GB/T 1819.15—2006 相比，主要有如下变动：

- 对称样量进行了修改；
- 对熔解试样方式进行了修改：由过氧化钠熔解试样改为氢氧化钠-过氧化钠熔解试样；
- 氟量的测定下限由原来的“0.020%”修改为“0.010%”；
- 对精密度部分进行修改；
- 增加试验报告条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

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：云南锡业股份有限公司。

本部分参加起草单位：广东省工业分析检测中心、中国检验认证集团广西有限公司、北京矿冶研究总院、南通出入境检验检疫局、宁波出入境检验检疫局检验检疫技术中心、云南锡业集团(控股)有限责任公司。

GB/T 1819.15—2017

本部分主要起草人：谢辉、张天姣、孙红英、黄葡英、伍斯静、黄世明、周航、窦怀智、钱燕、史红兰、朱晓艳、赵如琳、张红玲、解瑞松、张永进、张婷。

本部分所代替的历次版本发布情况为：

——GB/T 1819.15—2006。

锡精矿化学分析方法

第 15 部分:氟量的测定

离子选择电极法

1 范围

GB/T 1819 的本部分规定了锡精矿中氟量的测定方法。

本部分适用于锡精矿中氟量的测定。测定范围:0.010%~3.00%。

2 方法提要

试料以氢氧化钠和过氧化钠熔融,用水浸出熔融物后过滤,在 pH=6.5~7.0 的柠檬酸钠-硝酸钾-三乙醇胺介质中,以饱和甘汞电极为参比电极,氟离子选择电极为指示电极,用电极电位仪测定氟离子浓度。

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二级水。

3.1 氢氧化钠。

3.2 过氧化钠。

3.3 硝酸(1+4)。

3.4 柠檬酸钠-硝酸钾溶液:称取 294 g 二水合柠檬酸三钠($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$)、20 g 硝酸钾溶于水中并稀释至 1 000 mL,混匀。

3.5 三乙醇胺缓冲溶液:于 100 mL 三乙醇胺中加入 64 mL 盐酸($\rho=1.19$ g/L),用盐酸(1+1)和氨水(1+1)调至 pH=6.5~7.0,用水稀释至 500 mL,混匀。

3.6 氟离子标准贮存溶液:称取 2.211 0 g 预先在 120 °C 干燥 2 h 的氟化钠(GR)于 250 mL 烧杯中,加水溶解完全,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即转入干燥的塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 1 mg 氟。

3.7 氟离子标准溶液 A:移取 10.00 mL 氟标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即转入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 100 μ g 氟。

3.8 氟离子标准溶液 B:移取 10.00 mL 氟离子标准溶液 A(3.7)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即转入干燥的塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 10 μ g 氟。

3.9 酚红溶液:称取 0.1 g 酚红,加入 6 mL 氢氧化钠(2 g/L)溶液溶解,用水稀释至 50 mL,混匀。

4 仪器

4.1 氟离子选择电极:氟量在 1×10^{-6} mol/L~ 1×10^{-1} mol/L 内,电极电位与浓度的对数呈线性关系。电极在使用前应在 1×10^{-3} mol/L 的氟化钠溶液中浸泡 1 h,用水洗涤至洗涤液电位值不大于氟离子浓度为 1×10^{-6} mol/L 的电位值。