



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.12—2010

铜精矿化学分析方法 第 12 部分：氟和氯含量的测定 离子色谱法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 12: Determination of fluoride content and chloride content—
Ion chromatography

2011-01-10 发布

2011-10-01 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

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》目前共包括 12 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定；
- 第 2 部分：金和银的测定；
- 第 3 部分：硫量的测定；
- 第 4 部分：氧化镁的测定；
- 第 5 部分：氟量的测定；
- 第 6 部分：铅、锌、镉和镍量的测定；
- 第 7 部分：铅量的测定；
- 第 8 部分：锌量的测定；
- 第 9 部分：砷和铋量的测定；
- 第 10 部分：铋量的测定；
- 第 11 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：氟和氯含量的测定 离子色谱法。

本部分为第 12 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分中氟含量的测定方法不作为仲裁方法。

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：湖北出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、中华人民共和国南通出入境检验检疫局、铜陵有色金属集团控股有限公司、北方铜业股份有限公司、大冶有色金属有限公司。

本部分主要起草人：崔海容、于力、侯晋、李琴美、郭坚、简艳、常冀湘、李玉琴、凌约涛、杨顺风、陈曹祺、凌琳、李静。

铜精矿化学分析方法

第 12 部分:氟和氯含量的测定

离子色谱法

1 范围

GB/T 3884 的本部分规定了铜精矿中氟和氯含量的离子色谱测定方法。

本部分适用于铜精矿中氟和氯含量的测定,测定范围:氟为 0.005%~0.50%,氯为 0.01%~0.50%。

注:本标准中测定的氯是指酸浸出氯。

2 方法原理

试样经硫酸分解,其中的氟、氯随水蒸气逸出与样品分离,经吸收液吸收,用离子色谱法测定。以保留时间定性,以工作曲线法进行定量。

3 试剂

除另有规定外,所用试剂均为优级纯,实验用水为电阻率为 18.2 MΩ·cm 的超纯水。

3.1 氢氧化钠。

3.2 浓硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.3 硫酸溶液(2+1):量取 200 mL 浓硫酸(3.2)缓慢倒入 100 mL 水中,混匀。

3.4 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=0.2$ mol/L:称取 8.0 g 氢氧化钠(3.1)溶于 1 000 mL 水中。

3.5 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=0.02$ mol/L:称取 0.8 g 氢氧化钠(3.1)溶于 1 000 mL 水中,也可使用自动淋洗液发生器 OH⁻ 型制备。

3.6 氟标准贮存溶液:准确称取 2.211 0 g 在 105 °C~110 °C 干燥 2 h 的基准氟化钠,以水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。转入干燥的塑料瓶中储存。此溶液 1 mL 含 1 000 μg 氟。

3.7 氯的标准贮存溶液:准确称取 1.648 5 g 经 500 °C~600 °C 灼烧至恒重的基准氯化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μg 氯。

3.8 氟和氯混合标准使用液:分别准确移取氟和氯标准贮存溶液(3.6 和 3.7)各 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液为 1 mL 含氟和氯各 100.0 μg。

4 仪器和设备

4.1 离子色谱仪:配电导检测器。

4.2 水蒸气蒸馏装置(见附录 A)。

4.3 尼龙滤膜:0.22 μm。

4.4 注射器:2.5 mL。

所有玻璃器皿使用前均需依次用 2 mol/L NaOH 溶液和水分别浸泡 4 h,然后用水冲洗 3~5 次,

晾干备用。

5 试样

试样粒度应不大于 0.082 mm, 在 100 °C ~ 105 °C 烘箱中烘干 2 h 后置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.5 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 色谱分析条件

参考色谱条件见附录 B。

6.5 测定

6.5.1 取适量水置于水蒸气蒸馏装置(4.2)的蒸馏瓶中, 加热使水沸腾, 备用。

6.5.2 移取 10 mL NaOH 溶液(3.4)于 100 mL 接收瓶中作为接收液, 备用。

6.5.3 将试料(6.1)置于三口圆底烧瓶中, 加入 60 mL 硫酸溶液(3.3), 用水洗净瓶口, 并放入数粒玻璃珠, 连接水蒸气蒸馏装置进行蒸馏。加热使三口圆底烧瓶中溶液温度迅速上升至 160 °C ~ 180 °C。调节水蒸气流量及加热功率, 将温度控制在 160 °C ~ 180 °C, 当馏出液至 70 mL 左右时, 取下接收瓶, 将溶液转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后, 过 0.22 μm 滤膜, 备用。整个蒸馏过程约 15 min ~ 20 min。

6.5.4 用 2.5 mL 注射器吸取上述溶液, 在相同工作条件下, 依次注入离子色谱仪中, 记录色谱图。根据氟和氯的保留时间定性, 测量试液的峰面积值。试液中氟和氯的响应值应在标准曲线线性范围之内, 如果超出线性范围, 则应进行适当稀释。

6.6 绘制标准曲线

分别准确移取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、10.00 mL 氟和氯混合标准溶液(3.8), 置于一组 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。用 2.5 mL 注射器由低浓度到高浓度依次进样, 得到上述各浓度的色谱图。以氟和氯的浓度(μg/mL)为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。典型离子色谱图参见附录 C。

7 分析结果的表述

按式(1)计算试样中氟和氯的质量分数(%):

$$w_x = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \cdot f \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_x ——试样中氟或氯的质量分数,单位为(%);

ρ ——试液中的氟或氯浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——空白溶液中氟或氯的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

f ——试液稀释倍数;

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

分析结果应表示至两位小数。若氟或氯的含量小于0.1%时,表示至三位小数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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1采用线性内插法获得。

表1 重复性限

$w_{(\text{F})}/\%$	0.005 3	0.017 1	0.029 0	0.119	0.215	0.415
$r/\%$	0.002 0	0.002 6	0.003 7	0.011	0.018	0.028
$w_{(\text{Cl})}/\%$	0.010 1	0.022 7	0.051 7	0.120	0.219	0.416
$r/\%$	0.002 3	0.003 2	0.005 3	0.010	0.017	0.030

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),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表2数据采用线性内插法求得。

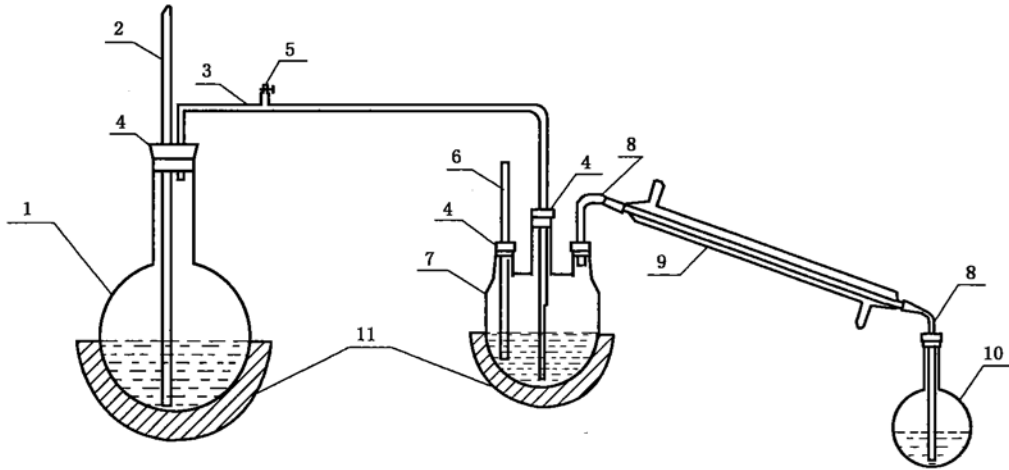
表2 再现性限

$w_{(\text{F})}/\%$	0.005 3	0.017 1	0.029 0	0.119	0.215	0.415
$R/\%$	0.002 8	0.004 2	0.005 4	0.018	0.030	0.046
$w_{(\text{Cl})}/\%$	0.010 1	0.022 7	0.051 7	0.120	0.219	0.416
$R/\%$	0.003 0	0.005 4	0.008 6	0.019	0.039	0.052

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

附录 A
(资料性附录)
水蒸气蒸馏装置示意图



- 1——蒸馏瓶(500 mL);
- 2——安全管;
- 3——玻璃管;
- 4——橡皮塞;
- 5——止水夹;
- 6——温度计(300 ℃);
- 7——三口圆底烧瓶(250 mL);
- 8——玻璃弯接管;
- 9——冷凝管;
- 10——100 mL 接收瓶;
- 11——加热装置。

图 A.1 水蒸气蒸馏装置示意图

附 录 B
(资料性附录)
参考色谱条件

- B.1 色谱柱:选用高容量 IonPac® AS11-HC 型阴离子分离柱(4 mm×250 mm)和 IonPac® AG11-HC 型保护柱(4 mm×50 mm),或选用性能相当的高容量阴离子交换柱。
- B.2 柱温箱温度:35 ℃。
- B.3 淋洗液:氢氧化钠溶液(3.5),或相当者。
- B.4 抑制器:ASRS-ULTRAII 4 mm 阴离子抑制器,抑制电流 87 mA,或选用其他性能相当的抑制器。
- B.5 淋洗液流速:1.0 mL/min。
- B.6 进样体积:150 μL。

附录 C
(资料性附录)

氟和氯的标准溶液离子色谱图

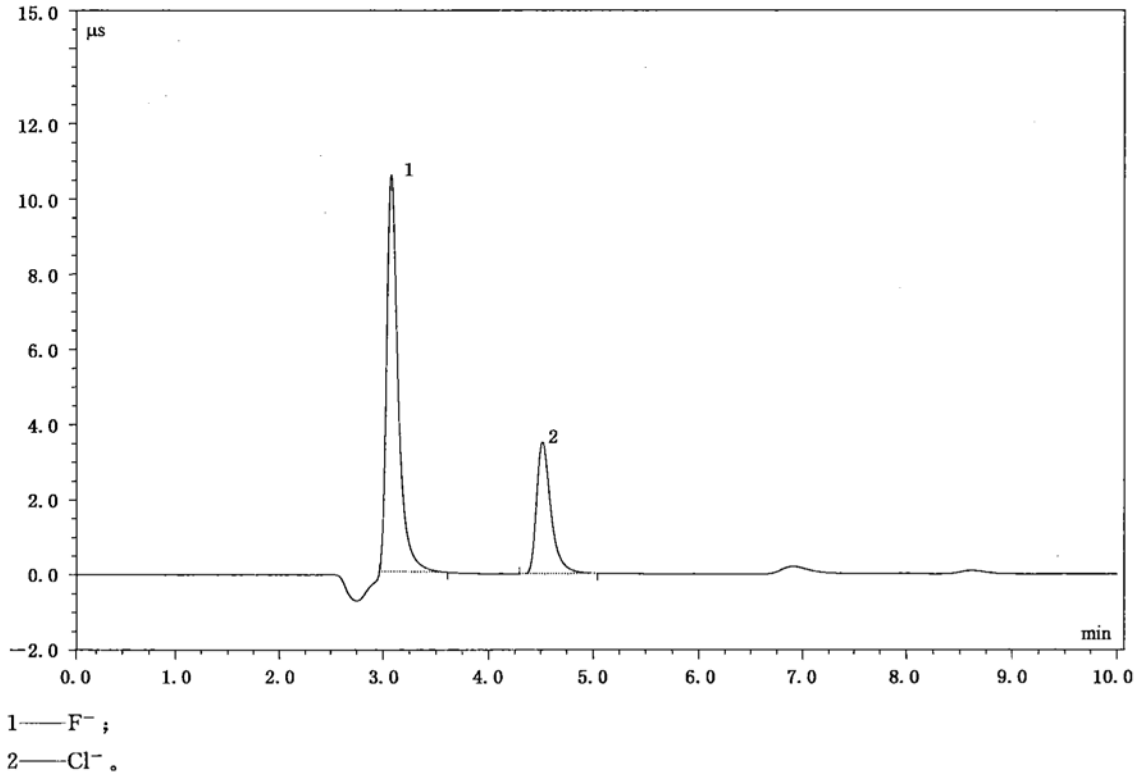


图 C.1 0 µg/mL 氟和氯在 Dionex IonPac[®] AS11-HC 柱上的标准色谱图

中华人民共和国
国家标准
铜精矿化学分析方法
第12部分：氟和氯含量的测定
离子色谱法

GB/T 3884.12—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

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 0.75 字数 13 千字

2011年7月第一版 2011年7月第一次印刷

*

书号：155066·1-42228 定价 16.00 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)68533533



GB/T 3884.12-2010