

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 820.11—2012

红土镍矿化学分析方法 第 11 部分：氟和氯量的测定 离子色谱法

Methods for chemical analysis of laterite nickel ores—
Part 11: Determination of fluorine and chlorine contents—
Ion chromatography

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YS/T 820—2012《红土镍矿化学分析方法》共分为 26 个部分：

- 第 1 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法；
- 第 3 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 4 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：钙和镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法；
- 第 9 部分：钪和镱量的测定 电感耦合等离子体-质谱法；
- 第 10 部分：钙、钴、铜、镁、锰、镍、磷和锌量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法；
- 第 11 部分：氟和氯量的测定 离子色谱法；
- 第 12 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：碳和硫量的测定 高频燃烧红外吸收光谱法；
- 第 17 部分：砷、铋和铍量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：铝、铬、铁、镁、锰、镍和硅量的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 20 部分：铝量的测定 EDTA 络合滴定法；
- 第 21 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 22 部分：镁量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 23 部分：钴、铁、镍、磷、氧化铝、氧化钙、氧化铬、氧化镁、氧化锰、二氧化硅和二氧化钛量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- 第 24 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 25 部分：化合水量的测定 重量法；
- 第 26 部分：灼烧减量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 820—2012 的第 10 部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准由北京矿冶研究总院、中华人民共和国鲅鱼圈出入境检验检疫局、金川集团有限公司负责起草。

本部分起草单位：中华人民共和国南通出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：侯晋、窦怀智、刘玮、于力、林力。

红土镍矿化学分析方法

第 11 部分:氟和氯量的测定

离子色谱法

1 范围

YS/T 820 的本部分规定了红土镍矿中氟和氯量的测定方法。

本部分适用于红土镍矿中氟和氯量的测定。测定范围:氟 0.010%~0.40%,氯 0.010%~0.60%。

2 方法提要

试料经硫酸分解,其中的氟、氯随着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

除非另有说明外,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和电阻率大于 18.2 M Ω ·cm 的纯水。

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 硫酸(2+1)。

3.3 氢氧化钠溶液(0.2 mol/L):称取 8.0 g 氢氧化钠溶于 1 000 mL 水中。

3.4 氢氧化钾溶液(0.02 mol/L):称取 1.12 g 氢氧化钾溶于 1 000 mL 水中,也可使用自动淋洗液发生器 OH⁻ 型制备。

3.5 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,混匀。转入干燥的塑料瓶中储存。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 氟。

3.6 氯标准贮存溶液: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,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 氯。

3.7 氟和氯混合标准溶液:分别准确移取氟和氯标准贮存溶液(3.5 和 3.6)各 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液为 1 mL 含氟和氯各 100 μ g。

4 仪器

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

4.3 尼龙滤膜,孔径 0.22 μ m。

4.4 注射器,体积 2.5 mL。

5 试样

试样粒度应小于 160 μ m,在 100 °C~110 °C 烘箱中烘干 2 h 后置于干燥器中冷却至室温备用。