



中华人民共和国国家标准

GB/T 23513.4—2009

锗精矿化学分析方法 第4部分：氟量的测定 离子选择电极法

Chemical analysis methods for germanium concentrate—
Part 4: Determination of fluoride content—ISE

2009-04-08 发布

2010-02-01 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 23513《锆精矿化学分析方法》分为五部分：

- 第 1 部分：锆量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 硫酸钡重量法；
- 第 4 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 5 部分：二氧化硅量的测定 重量法。

本部分为第 4 部分。

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归口。

本部分负责起草单位：云南临沧鑫圆锆业股份有限公司。

本部分参加起草单位：中金岭南韶关冶炼厂、湖南怀化市洪江恒昌锆业有限公司、南京锆厂有限责任公司、北京国晶辉红外光学科技有限公司。

本部分主要起草人：包文东、李贺成、普世坤、郑洪、高孟明、孙燕。

锆精矿化学分析方法

第4部分：氟量的测定

离子选择电极法

1 范围

GB/T 23513 的本部分规定了锆精矿中氟含量的测定方法。

本部分适用于锆精矿中氟含量的测定。测定范围：0.01%~1.0%。

2 方法原理

试料用氢氧化钠熔融，水提取分离大部分金属离子，在 pH 值为 6.5 左右的柠檬酸钠缓冲介质中，以氟离子选择电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极，在离子计上测量溶液的电位差测定氟。

3 试剂

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 过氧化钠(Na_2O_2)。

3.2 氢氧化钠(NaOH)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 无水乙醇($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)。

3.5 硝酸(1+1)。

3.6 柠檬酸钠缓冲溶液[$c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=1 \text{ mol/L}$]：294 g 柠檬酸钠溶解在 900 mL 水中，加 10 mL 硝酸(3.3)，加水至 1 000 mL，pH 约为 6.5。

3.7 氟标准贮存溶液：称取 2.210 0 g 预先在 105 °C 干燥 2 h 时的优级纯氟化钠，置于塑料杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，立即以水定容，混匀。迅速转移入干的塑料瓶中保存，此溶液含氟 1 mg/mL。

3.8 氟标准溶液 A：移取 20.00 mL 氟标准贮存溶液于 200 mL 容量瓶中，以水定容，混匀。转入干的塑料瓶中，此溶液含氟 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.9 氟标准溶液 B：移取 10.00 mL 氟标准溶液于 100 mL 容量瓶中，以水定容，混匀。转入干的塑料瓶内，此溶液含氟 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

4 仪器

4.1 镍坩埚，带盖，30 mL。

4.2 离子计或 pH 值计，毫伏读数可至 1/10 mV。

4.3 氟离子选择电极。

4.4 饱和甘汞电极。

4.5 聚乙烯烧杯：200 mL、50 mL。

4.6 塑料容量瓶：200 mL、100 mL、50 mL。

4.7 磁力搅拌器：附包有聚乙烯的搅拌棒。

4.8 塑料漏斗。