

# 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



中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 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：钨和钼量的测定 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、锑和铋量的测定 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  $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  的纯水。

- 3.1 硫酸( $\rho 1.84 \text{ g/mL}$ )。
- 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  $\text{OH}^-$  型制备。
- 3.5 氟标准贮存溶液:准确称取 2.211 0 g 在  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  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  $\mu\text{g}$  氟。
- 3.6 氯标准贮存溶液:准确称取 1.648 5 g 经  $500^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$  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  $\mu\text{g}$  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  $\mu\text{g}$ 。

#### 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  $\mu\text{m}$ 。
- 4.4 注射器,体积 2.5 mL。

#### 5 试样

试样粒度应小于 160  $\mu\text{m}$ ,在  $100^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  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 0.50 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(3.3)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(3.2),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,混匀后,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,在仪器工作条件下,依次注入离子色谱仪中,记录色谱数据。根据氟和氯的保留时间定性,计算氟和氯的峰面积值。试液中氟和氯的响应值应在标准曲线线性范围内,如果超出线性范围,则应进行适当稀释。

### 6.6 工作曲线的绘制

分别准确移取 0 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(3.7)至一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。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,绘制工作曲线。典型离子色谱图参见附录 C。

## 7 分析结果的表述

氟或氯量以质量分数  $w_x$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

$x$  ——代测元素氟或氯;

$\rho$  ——试液中氟或氯质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$\rho_0$  ——空白溶液中氟或氯质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$V$  ——试液体积,单位为毫升(mL);



$d$  ——试液稀释倍数；

$m_0$  ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到两位有效数字。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复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数据采用线性内插法获得。

表1 重复性限

$w_F/\%$	0.010	0.080	0.18	0.35	—
$r/\%$	0.001	0.002	0.014	0.018	—
$w_{Cl}/\%$	0.010	0.024	0.14	0.24	0.56
$r/\%$	0.001	0.002	0.012	0.018	0.014

### 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不大于再现性限( $R$ ),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获得。

表2 再现性限

$w_F/\%$	0.010	0.080	0.18	0.35	—
$R/\%$	0.001	0.003	0.016	0.020	—
$w_{Cl}/\%$	0.010	0.024	0.14	0.24	0.56
$R/\%$	0.001	0.002	0.010	0.014	0.016

## 9 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 使用的标准 YS/T 820.11—2012；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A  
(资料性附录)  
水蒸气蒸馏装置示意图

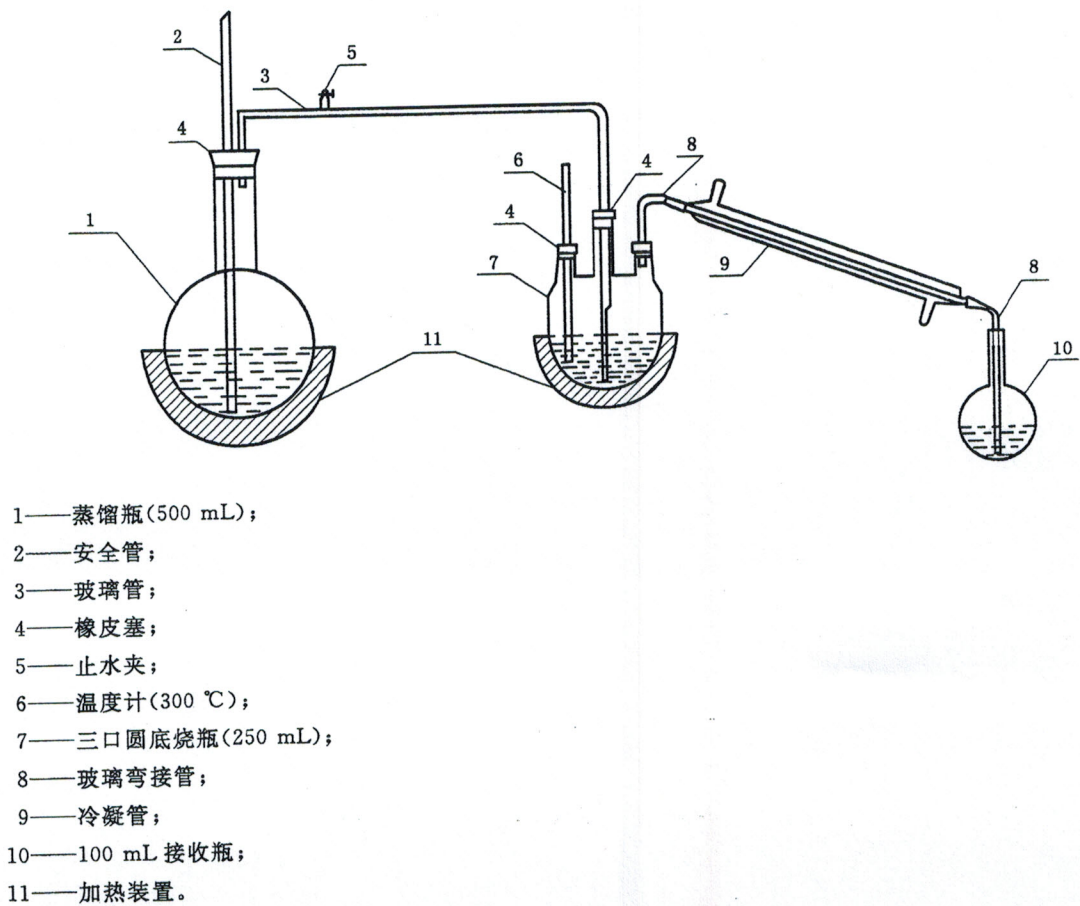


图 A.1 水蒸气蒸馏装置示意图

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® AS23 型阴离子分离柱(4 mm×250 mm)和 IonPac® AG23 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:30 ℃。
- B.3** 淋洗液:氢氧化钾溶液(3.4),或相当者。
- B.4** 抑制器:ASRS® 300 4 mm 阴离子抑制器,抑制电流 75 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:25 μL。



附录 C  
(资料性附录)  
氟和氯的标准溶液离子色谱图

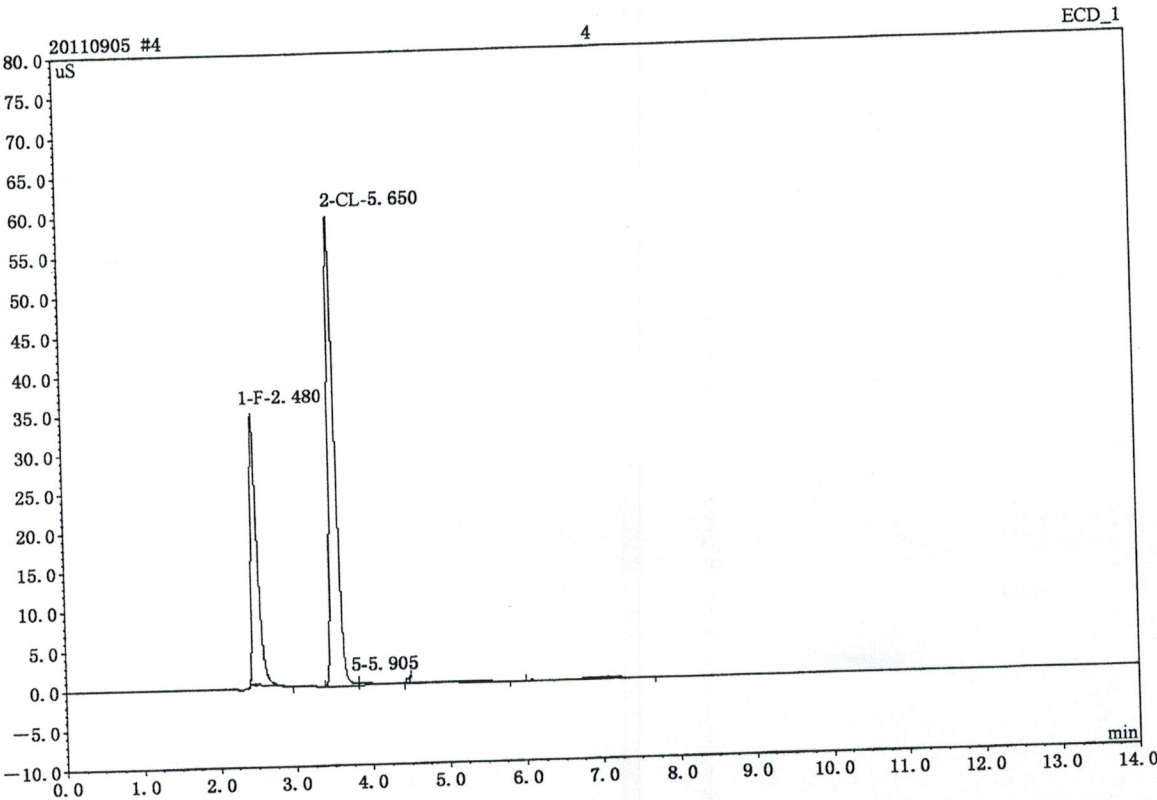


图 C.1 10  $\mu\text{g/mL}$  氟和 25  $\mu\text{g/mL}$  氯在 Dionex IonPac<sup>®</sup> AS23 柱上的标准色谱图



中华人民共和国有色金属  
行 业 标 准  
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

YS/T 820.11—2012

\*

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(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 11 千字  
2013 年 1 月第一版 2013 年 1 月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-24292 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)68510107



YS/T 820.11-2012