



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.12—2023

代替 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 离子色谱法和电位滴定法

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

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》的第 12 部分。GB/T 3884 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法；
- 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法；
- 第 4 部分：氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 8 部分：锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 9 部分：砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法；
- 第 10 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 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 离子色谱法和电位滴定法；
- 第 13 部分：铜量的测定 电解法；
- 第 14 部分：金和银量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 16 部分：二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法；
- 第 17 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 胶束增溶光度法和沉淀分离-氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 18 部分：砷、铈、铋、铅、锌、镍、镉、钴、铬、氧化铝、氧化镁、氧化钙含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 19 部分：铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 20 部分：汞量的测定 固体进样直接法；
- 第 21 部分：铜、硫、铅、锌、铁、铝、钙、镁、锰量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法。

本文件代替 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》，与 GB/T 3884.12—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了方法 2，电位滴定法测定氯，测定范围为 0.050%~4.50%（见第 1 章、第 5 章）；
- b) 更改了方法 1 用水的要求（见 4.2.1，2010 年版的第 3 章）；
- c) 更改了基准氟化钠的干燥温度（见 4.2.7，2010 年版的 3.6）；
- d) 更改了注射器量程的规定（见 4.3.4，2010 年版的 4.4）；
- e) 增加了试样测定分取体积（见表 1）；
- f) 增加了方法 1 试验数据处理中关于数值修约的要求（见 4.6）；
- g) 更改了求重复性和再现性的方法（见 4.7，见 2010 年版的第 8 章）；
- h) 增加了“试验报告”内容（见第 6 章）；
- i) 删除了“质量保证和控制”（见 2010 年版的第 9 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位：大冶有色设计研究院有限公司、北矿检测技术股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、南通海关综合技术中心、江西铜业股份有限公司、山西北方铜业有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、武汉海关技术中心、中国检验认证集团广西有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司、防城海关综合技术服务中心、湖南有色金属研究院有限责任公司、广东省韶关市质量计量监督检测所、金隆铜业有限公司。

本文件主要起草人：潘晓玲、魏文、曾静、周航、马琼、于力、陈尧、胡胭脂、罗舜、韩雨青、何物强、张琦、杨赟金、林韶阳、熊梅瑜、崔海容、吕长宽、侯晋、李琴美、肖刘萍、魏雅娟、张月、邹小芬、常冀湘、凌约涛、武玉艳、黎香荣、左花、袁齐、陈姗姗、李静。

本文件及所代替文件的历次版本发布情况为：

——2010年首次发布为GB/T 3884.12—2010；

——本次为第一次修订。

引 言

铜精矿是生产阴极铜的主要原料,在有色领域标准体系中,铜精矿化学成分测定方法标准在保证铜精矿产品质量方面发挥着重要作用,该系列方法标准服务于铜精矿的生产、贸易和应用,为我国有色金属行业高质量发展提供技术支撑。GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》目的在于描述铜精矿中铜、金、银、铅、锌等不同化学元素成分的测定方法。由于铜精矿中含有一定量的氟和氯;高含量的氟和氯致使冶炼烟气中氟化氢,氯化氢含量升高,高氟化氢、氯化氢烟气进入制酸工序,易腐蚀损坏制酸设备,对冶炼造成不利。对铜精矿中氟和氯含量的控制是铜精炼步骤中一个非常重要的技术指标。因此,对铜精矿中氟和氯含量进行测定意义重大。

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》由 21 个部分构成:

- 第 1 部分:铜量的测定 碘量法;
- 第 2 部分:金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法;
- 第 3 部分:硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法;
- 第 4 部分:氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第 6 部分:铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 8 部分:锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 9 部分:砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法;
- 第 10 部分:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 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 离子色谱法和电位滴定法;
- 第 13 部分:铜量的测定 电解法;
- 第 14 部分:金和银量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法;
- 第 15 部分:铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 16 部分:二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法;
- 第 17 部分:三氧化二铝量的测定 铬天青 S 胶束增溶光度法和沉淀分离-氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法;
- 第 18 部分:砷、铈、铋、铅、锌、镍、镉、钴、铬、氧化铝、氧化镁、氧化钙含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 19 部分:铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法;
- 第 20 部分:汞量的测定 固体进样直接法;
- 第 21 部分:铜、硫、铅、锌、铁、铝、钙、镁、锰量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法。

本文件的制定是基于国内外铜精矿贸易的需求,该标准的建立能够更好的适应国内外不同产地的铜精矿中氟和氯含量的测定,为铜精矿中氟和氯含量的测定提供了准确的、科学的依据,因此,氯含量的测定方法 2 的新增填补了铜精矿中较高含量氯测定的空白。便于贸易交易中采用统一的分析方法,有利于减少因检测方法差异造成的商业纠纷,具有很好的经济效益和社会效益。

铜精矿化学分析方法

第 12 部分:氟和氯含量的测定

离子色谱法和电位滴定法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了铜精矿中氟和氯含量的测定方法,包括离子色谱法(方法 1)和电位滴定法(方法 2)。

本文件适用于铜精矿中氟和氯含量的测定,方法 1 测定范围:氟含量(质量分数)为 0.005%~0.50%,氯(质量分数)为 0.010%~0.50%;方法 2 测定范围:氯含量(质量分数)为 0.050%~4.50%。氯含量大于 0.05%用方法 2 作为仲裁方法。

注:本文件方法 1 中测定的氯指酸浸出氯。

2 规范性引用文件

下列文件中内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法 1 离子色谱法

4.1 原理

试料经硫酸分解,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,以工作曲线法计算氟和氯含量。

4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

4.2.1 水,符合 GB/T 6682,一级水。

4.2.2 氢氧化钠。

4.2.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

4.2.4 硫酸溶液(2+1):量取 200 mL 硫酸(4.2.3)缓慢倒入 100 mL 水中,混匀。

4.2.5 氢氧化钠溶液, $c_{\text{NaOH}}=0.2$ mol/L:称取 8.0 g 氢氧化钠(4.2.2)溶于 1 000 mL 水中,混匀。