

ICS 73.060
D 43



中华人民共和国国家标准

GB/T 17414.2—2010
代替 GB/T 17414.2—1998

GB/T 17414.2—2010

铍矿石化学分析方法 第2部分：铍量测定 催化极谱法

Method for chemical analysis of beryllium ores—
Part 2: Determination of beryllium content—Catalytic polarographic method

中华人民共和国
国家标准
铍矿石化学分析方法
第2部分：铍量测定 催化极谱法
GB/T 17414.2—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 0.5 字数 7 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*
书号：155066·1-41062 定价 14.00 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 17414.2—2010

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

瓶中,用水稀释至刻度,混匀;

- b) 氧化铍标准溶液(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$):分取 10.00 mL 氧化铍标准储备溶液[4.8a)],置于 1 000 mL 容量瓶中,滴加 1.0 mL 硫酸(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

5 仪器和设备

- 5.1 示波极谱仪(三电极系统)。警告:在通风良好处操作,避免汞蒸气可能引起的危险!
- 5.2 高温炉。
- 5.3 自动控温电热板:温度误差小于 $\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$,表面有聚四氟乙烯涂层保护。
- 5.4 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

试样经加工后粒径应小于 74 μm ,于 105 $^\circ\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中保存。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.1 g 试料,精确到 0.1 mg。

7.2 空白试验

随同试料做不少于两份空白试验,所用试剂应与试料分析取自同一试剂瓶。

7.3 验证试验

随同试料分析与被测样品性质相同或相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于镍坩埚中,加入 1 g 氢氧化钠(4.1),在电热板上加热逐去水份后,加 1 g 过氧化钠(4.2),于 650 $^\circ\text{C}$ 高温炉中熔融至流体状,并保持 5 min,取出,冷却后,放入 150 mL 烧杯中,用水提取,煮沸 5 min,洗出坩埚,加入 15 mL 盐酸(4.5),于自动控温电热板上蒸发至干,继续加热脱水,取下冷却,加入 5 mL 或 10 mL 盐酸(4.6)溶解盐类,移入 50 mL 或 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

注:样品分解时间不宜过长,否则带来大量镍对测定有影响。

7.4.2 分取 1.00 mL~5.00 mL 清液(7.4.1)于 20 mL 烧杯中,不足 5 mL 者用空白溶液补足至 5 mL,加入 5 mL 混合底液(4.7),混匀,放置 30 min。

7.5 校准溶液系列配制

在一系列 25 mL 烧杯中,分别加入 0.00 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 和 6.00 mL 氧化铍标准溶液[4.8b)],低温蒸干,加入 5 mL 试料空白试验溶液(7.2),加 5 mL 混合底液(4.7),混匀,放置 30 min。

7.6 测定

在示波极谱仪上,于起始电位 -0.65 V 左右,进行导数极谱测量校准溶液系列、试料溶液和空白试验溶液(7.2)的峰电流。

注 1: 0.5 mol/L 氯化氨-0.8 mol/L 氨水-40 g/L 乙二胺四乙酸二钠底液中,铍试剂 III 本身在 -0.6 V 左右有一清晰的极谱波,其峰电流随铍含量的增加而降低,不影响铍-铍试剂 III 络合物吸附波和浓度的定量关系。

注 2: 当铁、钛、铋含量分别是铍量的 3 000 倍、300 倍、500 倍时才引起负干扰。

注 3: 室温低时,在加入混合底液混匀后,放置时间需延长,最好置于 25 $^\circ\text{C}$ ~30 $^\circ\text{C}$ 恒温槽内保温 30 min。

7.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列氧化铍量为横坐标,校准溶液系列的峰电流为纵坐标,绘制校准曲线。查出试料溶液及空白试验溶液(7.2)相应的氧化铍量。

前 言

GB/T 17414《铍矿石化学分析方法》共有两个部分:

——第 1 部分:铍量测定 埃利罗菁 R 光度法;

——第 2 部分:铍量测定 催化极谱法。

本部分为 GB/T 17414 的第 2 部分。

本部分代替 GB/T 17414.2—1998《铍矿石化学分析方法 催化极谱法测定铍量》。

本部分与 GB/T 17414.2—1998 相比,主要变化如下:

——修改了本部分的中英文名称;

——对文本格式进行了修改;

——计算公式中质量分数表示符号由 w 代替了 $\omega(\%)$;

——增加了警示、警告内容;

——增加了试样条款;

——增加了废弃物处理条款。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员归口。

本部分负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分起草单位:辽宁省地质实验研究所。

本部分主要起草人:邵文军、杨威。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 17414.2—1998。