

ICS 73.060
D 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.3—2010
代替 GB/T 14353.3—1993

GB/T 14353.3—2010

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第3部分：锌量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—
Part 3: Determination of zinc content

中华人民共和国
国家标准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第3部分：锌量测定
GB/T 14353.3—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 0.75 字数 12 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*
书号：155066·1-41009 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)68533533



GB/T 14353.3—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

附录 A
(资料性附录)

仪器参考工作条件及本部分的有关说明

A.1 原子吸收分光光度计参考工作条件

原子吸收分光光度计参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 原子吸收分光光度计参考工作条件

波长/nm	灯电流/mA	单色器通带/nm	燃烧器高度/mm	空气压力/MPa	乙炔压力/MPa
213.8	10	1.3	7.5	0.16	0.02

A.2 本部分的有关说明

A.2.1 用原子吸收分光光度法测定锌量,分别共存下列含量的元素(离子),不影响锌的测定:Pb(4 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$);Na、K、Mg、Ca、Sr、Ba、Al、Mo、W、Fe各(2 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$);Mn、Co、Ni、Cu各(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$);Sb、Bi、Ti、Cr、Cd各(500 $\mu\text{g}/\text{mL}$);Ag(400 $\mu\text{g}/\text{mL}$);As、Hg各(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$);Se、Te各(60 $\mu\text{g}/\text{mL}$);Li、Be、Zr、V各(50 $\mu\text{g}/\text{mL}$);Au(40 $\mu\text{g}/\text{mL}$);Pt、Pd各(20 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。Si大于200 $\mu\text{g}/\text{mL}$,对锌的测定有负干扰。对于含硅高的试样,可采用氢氟酸溶解试样,以消除硅对锌测定的影响。

A.2.2 EDTA容量法测定锌,共存的Mn、Fe、Al、Pb等元素干扰测定,但在有氧化剂存在下的氨性缓冲溶液中将得到很好的分离,为了减少氢氧化铁对锌的吸附,氢氧化铵的浓度不能低于2.5 mol/L。

前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为18个部分:

- 第1部分:铜量测定;
- 第2部分:铅量测定;
- 第3部分:锌量测定;
- 第4部分:镉量测定;
- 第5部分:镍量测定;
- 第6部分:钴量测定;
- 第7部分:砷量测定;
- 第8部分:铋量测定;
- 第9部分:钼量测定;
- 第10部分:钨量测定;
- 第11部分:银量测定;
- 第12部分:硫量测定;
- 第13部分:镓量、铟量和铊量测定;
- 第14部分:锗量测定;
- 第15部分:硒量测定;
- 第16部分:碲量测定;
- 第17部分:铈量测定;
- 第18部分:铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为GB/T 14353的第3部分。

本部分代替GB/T 14353.3—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 锌的测定》。

本部分与GB/T 14353.3—1993相比,主要变化如下:

- 增加了警示、警告内容;
- 修改了试样干燥温度;
- 增加了EDTA容量法;
- 删除了原标准第一篇 碘量法和第三篇 氢氧化铵-氯化铵-液相极谱法。

本部分附录A为资料性附录。

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会归口。

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:陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人:熊英、郭巨权、郝辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14353.3—1993。

4.2.14 EDTA 标准滴定溶液[$c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$]的配制与标定:

a) 配制

称取 3.72 g 乙二胺四乙酸二钠盐于 500 mL 烧杯中,加热水溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

b) 标定:

分取 3 份 25 mL 锌标准溶液(4.2.13),分别置于 250 mL 三角瓶中,用水稀释至 50 mL,加入 2 滴~3 滴二甲酚橙溶液(4.2.15),用氨水(4.2.11)中和至微红色,加 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.2.12),用 EDTA 标准滴定溶液[4.2.14a)]滴定至溶液颜色由微红色转变为亮黄色,即为终点。

按式(2)计算 EDTA 标准溶液相对于锌的滴定度:

$$T = \frac{\rho V_1}{V_2 - V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T ——EDTA 标准溶液相对于锌的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ ——锌标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——分取锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定锌标准溶液所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗 EDTA 滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

取三次标定结果的平均值,计算结果表示到小数点后三位数字。

4.2.15 二甲酚橙溶液(5 g/L)。

4.2.16 对硝基酚溶液(1 g/L)。

4.3 仪器

分析天平:三级,感量 0.1 mg。

4.4 试样

4.4.1 按照 GB/T 14505 的相关规定,加工试样的粒径应小于 97 μm 。

4.4.2 试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

根据试样中锌量,称取 0.2 g~1 g 试料,精确至 0.1 mg。

4.5.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

4.5.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量接近的标准物质。

4.5.4 试料分解

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(4.2.5),盖上表面皿,置于电热板上加热 5 min~10 min,再加入 5 mL 硝酸(4.2.6)继续加热分解 10 min。稍冷,加 3 g 氯酸钾(4.2.1),蒸发至溶液体积为 5 mL~6 mL。取下,加入 80 mL 热水、3 g 硫酸铵(4.2.2),搅拌均匀,放置电炉上加热煮沸。用氨水(4.2.7)中和至大量氢氧化物析出,加 10 mL 氟化钾溶液(4.2.9)、15 mL 氨水(4.2.7),煮沸 1 min,取下。补加 5 mL 氨水(4.2.7),并加入 10 mL 乙醇(4.2.8),冷却至室温。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.4.2 将溶液干过滤于 250 mL 烧杯中,分取 50 mL 溶液于 200 mL 烧杯,加热煮沸以赶过剩余的氨(控制时间以免产生氢氧化锌白色沉淀),取下。

4.5.5 测定

加入 1 g 硫氰酸钾(4.2.3)、0.5 g 硫代硫酸钠(4.2.4),搅匀。加 1 滴对硝基酚溶液(4.2.16),用盐

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

第 3 部分:锌量测定

警示:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。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

GB/T 14353 的本部分规定了铜矿石、铅矿石和锌矿石中锌量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石和锌矿石中锌量的测定。

测定范围:火焰原子吸收分光光度法 0.01%~5%的锌,EDTA 容量法 0.5%~20%的锌。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14353 的本部分的引用而成为本部分的条款,凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 火焰原子吸收分光光度法

3.1 原理

试料经王水(或氢氟酸、王水、高氯酸)分解后,在盐酸(5+95)介质中(或盐酸-硼酸介质),使用空气-乙炔火焰。于波长 213.8 nm 处,用原子吸收分光光度计测量锌的吸光度,计算锌量。

3.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.2.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.2.3 氢氟酸($\rho 1.13 \text{ g/mL}$)**警告:氢氟酸有毒、具有强腐蚀性,操作时应戴手套,防止与皮肤接触!**

3.2.4 高氯酸($\rho 1.67 \text{ g/mL}$)**警告:易爆品,小心操作!**

3.2.5 王水(盐酸+硝酸=3+1)新鲜配制。

3.2.6 盐酸(1+1)。

3.2.7 盐酸(5+95)。

3.2.8 硼酸溶液(60 g/L)。

3.2.9 锌标准溶液配制:

a) 锌标准储备溶液[$\rho(\text{Zn})=1.00 \text{ mg/mL}$]:称取 1.000 0 g 金属锌($\geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿烧杯壁加入 10 mL 盐酸(3.2.6),放置自溶(如酸不够可补加),溶解完全后,用水洗去表面皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

b) 锌标准溶液[$\rho(\text{Zn})=20.0 \mu\text{g/mL}$]:分取 20.00 mL 锌标准储备溶液[3.2.9a)],置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.3 仪器

3.3.1 原子吸收分光光度计(带塞曼效应或连续光谱灯背景校正器),配锌元素空心阴极灯。