

附录 A
(资料性附录)
有关说明

A.1 使用塞曼原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1 仪器参考工作条件

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
283.3	7.5	1.3	7.5	0.16	0.03

A.2 在本实验条件下,分别共存下列含量($\mu\text{g}/\text{mL}$)的元素(离子),不影响铅的测定:Zn(4 000)、Na、K、Mg、Ca、Sr、Ba、Al、Mo、W、Fe 各(2 000);Mn、Co、Ni、Cu、Si 各(1 000);Sb、Bi、Ti、Cr、Cd 各(500);Ag(400);As、Hg 各(200);Se、Te 各(60);Li、Be、Zr、V 各(50);Au(40);Pt、Pd 各(20)。

A.3 含铁量高、铅量不高的试样,也可改用在盐酸(5+95)介质进行测定。



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.4—2010
代替 GB/T 14352.4—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 4 部分:铅量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 4: Determination of lead content



GB/T 14352.4—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40992

定价: 14.00 元

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

8 结果计算

铅量以质量分数 $w(\text{Pb})$ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Pb}) = \frac{(m_1 - m_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得分取试料溶液中的铅量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得的空白溶液中的铅量,单位为微克(μg);

V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点二位。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 精密度

%

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
铅	0.008~0.27	$r=0.000\ 9+0.059\ 1\ m$	$R=0.042\ 8m^{0.680\ 0}$
注:本精密度数据是由 6 个实验室对 6 个水平的试样进行试验确定。			

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钨矿石、钼矿石化学分析方法
第 4 部分:铅量测定
GB/T 14352.4—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 8 千字

2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号:155066·1-40992 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

5.2 原子吸收分光光度计,附铅空心阴极灯。

6 试样

6.1 按 GB/T 14505 的相关要求,加工试样粒径应小于 97 μm 。

6.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h,含硫矿物的试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 的鼓风干燥烘箱内干燥 2 h~4 h,然后置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中铅量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

铅量/ %	试料量/ g	分取试液体积/ mL
0.01~0.1	0.5	—
>0.1~0.25	0.2	—
>0.25~0.50	0.1	—
>0.5~2.5	0.1	10.00
>2.5~5	0.1	5.00

7.2 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。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 氢氟酸(4.1),加盖,放置过夜,移去盖子,加入 10 mL 王水(4.3)、0.5 mL 高氯酸(4.2),加盖,在低温电热板上微沸 30 min,用适量水洗去盖子,继续在电热板上加热至高氯酸白烟冒尽,取下冷却,加入 5 mL 硝酸(4.4)、5 mL 硼酸溶液(4.6),温热溶解盐类,取下,冷至室温后,用水移入 50 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,澄清(A液)。

7.4.2 根据试料中铅量,按表 1 分取溶液(A液),置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸(4.5)稀释至刻度,摇匀(B液)。

注:有关说明见附录 A。

7.5 校准溶液系列配制

分取 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 铅标准溶液[4.7b],分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.4)、5 mL 硼酸溶液(4.6),用水稀释至刻度,摇匀。

7.6 测定

警告:应按照原子吸收分光光度计的使用规程点燃或熄灭空气-乙炔火焰,以避免可能引起的爆炸危险!

参照附录 A 表 A.1 仪器工作条件,测量校准溶液、试料溶液(A液)或(B液)、空白试验溶液和验证试验溶液中铅的吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列铅量为横坐标,校准溶液系列吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得试料溶液相应的铅量。

前 言

GB/T 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 18 个部分:

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

本部分为 GB/T 14352 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 14352.4—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定铅量》。

本部分与 GB/T 14352.4—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。

本部分的附录 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:江苏省地质调查研究院(国土资源部南京矿产资源监督检测中心)。

本部分主要起草人:周康民、蔡玉曼。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14352.4—1993。