

ICS 73.060
D 43



中华人民共和国国家标准

GB/T 17416.1—2010
代替 GB/T 17416.1—1998

GB/T 17416.1—2010

锆矿石化学分析方法 第 1 部分：锆铪含量测定

Method for chemical analysis of zirconium ores—
Part 1: Determination of zirconium-hafnium oxide content

中华人民共和国
国家标准
锆矿石化学分析方法
第 1 部分：锆铪含量测定
GB/T 17416.1—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：155066·1-41065 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 17416.1—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

4.13 溴化十六烷基三甲基胺溶液(2 g/L):称取 2.0 g 溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB) $[C_{16}H_{33}(CH_3)_3NBr]$,溶解在 100 mL 乙醇中,用水稀释至 1 000 mL。

4.14 二氧化锆标准溶液配制:

- a) 二氧化锆标准储备溶液(100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 0.1 g 二氧化锆(光谱纯)精确到 0.1 mg,置于铂坩埚中,加入 10 滴硫酸(4.3)及 5 mL~7 mL 氢氟酸(4.2),在电热板上加热溶解并蒸发至冒浓白烟时取下,冷却后,沿坩埚壁用少量水淋洗一次,继续加热蒸发至冒白烟,重复处理一次。冷却后,用盐酸(4.5)提取,将溶液煮沸,冷却后用盐酸(4.5)移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀;
- b) 二氧化锆标准溶液(10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$):分取 20.00 mL 二氧化锆标准储备溶液(4.14a)置于 200 mL 容量瓶中,用盐酸(4.5)稀释至刻度,混匀。

5 仪器和设备

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 高温炉。
- 5.3 电热板。
- 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

按表 1 中锆铅含量称取试料量,精确到 0.1 mg。

表 1 称取试料量

锆铅含量/%	试料量/g
0.01~0.3	0.2
0.3~2.0	0.1

7.2 空白试验

随同试料进行不少于 2 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)置于高铝或石墨坩埚中,加 3 g~4 g 过氧化钠(4.1),搅匀后,在上面再覆盖 1 g,盖上坩埚盖,置于 700 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中熔融 20 min,中间摇动 1 次~2 次。

注:锆矿石属于难熔矿石,因此熔矿时注意试料分解完全。

7.4.2 取出坩埚,冷却后,置于 250 mL 烧杯中。熔融物用 100 mL 热三乙醇胺(4.7)或三乙醇胺氢氧化钠溶液(4.8)提取,待作用停止后,洗出坩埚及坩埚盖,视沉淀多少加入 1 mL~2 mL 氯化镁溶液(4.9),加入适量纸浆,煮沸 15 min 以驱除过氧化氢。

注:用三乙醇胺(4.7)浸取熔融物时,注意所得溶液的碱度,尤其是含硅高的试样或取样量较多时,可用三乙醇胺氢氧化钠溶液(4.8)提取,这样可使绝大部分二氧化硅以硅酸形式留在溶液中与沉淀分离,以免在显色时加入溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB)后出现浑浊现象。

7.4.3 冷却后,用快速滤纸过滤,用热氢氧化钠溶液(4.6)洗涤烧杯和沉淀 8 次~10 次,用水洗 1 次,用刻度移液管吸取 38 mL 热盐酸(4.4)于原烧杯中溶解沉淀,置于电热板上加热煮沸,再经原滤纸将溶

前 言

GB/T 17416《锆矿石化学分析方法》共有两个部分:

- 第 1 部分:锆铅含量测定;
- 第 2 部分:锆量和铅量测定。

本部分为 GB/T 17416《锆矿石化学分析方法》第 1 部分。

本部分代替 GB/T 17416.1—1998《锆矿石化学分析方法 二甲酚橙光度法测定锆(铅)量》。

本部分与 GB/T 17416.1—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。

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 17416.1—1998。