

-1.00 V 处,记录峰电流值。同时进行标准系列的测定。

B4.4 工作曲线的绘制

移取 0、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 锌标准溶液(B2.13)或 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 锌标准溶液(B2.14)(视试料中锌含量而定),分别置于一组 25 mL 烧杯中,低温蒸干,以下按分析步骤(B4.3.3~B4.3.4)进行测定。以锌量为横坐标,峰电流为纵坐标,绘制工作曲线。

B5 分析结果的计算

按下式计算锌的含量:

$$\text{Zn}(\mu\text{g/g}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (\text{B1})$$

式中: m_1 —— 从工作曲线上查得的锌量, μg ;

m_0 —— 从工作曲线上查得空白试验(B4.2)锌量, μg ;

m —— 试料, g。

附加说明:

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心技术归口。

本标准由地质矿产部沈阳综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人杨秀清、胡吉顺、李纹浪。



GB/T 14353.3-1993

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-25816

定价: 10.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.3—93

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 锌的测定

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of zinc

1993-05-12 发布

1994-02-01 实施

国家技术监督局 发布

GB/T 14353.3—93

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
锌的测定

GB/T 14353.3—93

*

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.bzcb.com

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 17 千字

1994年2月第一版 2005年9月第二次印刷

*

书号: 155066·1-25816 定价 10.00 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

B2.9 氢氧化铵-氯化铵-亚硫酸钠混合底液:称取 12.5 g 无水亚硫酸钠,67 g 氯化铵,用少量水溶解,加入 250 mL 氨水(ρ 0.9 g/mL),用水稀释至 500 mL,摇匀。

B2.10 717 树脂:将 80~100 目 717 树脂用氢氧化钠溶液(4% m/V)及硝酸(B2.8)浸泡处理杂质,然后用蒸馏水洗至中性,按分析手续装柱,进行空白试验检查后方可使用。

B2.11 阴离子交换柱:将 717 树脂(B2.10)装入筒形漏斗,下接 ϕ 8×100 mm 的交换柱中,树脂床高约为 9 cm 左右,先用 200 mL 蒸馏水淋洗柱子,漏斗上叠放滤纸后,再用盐酸(B2.6)平衡,备用(控制流速约 1.5 mL/min 左右)。

B2.12 锌标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锌(99.99%),盖上表皿,沿杯壁加入 20 mL 盐酸(B2.5)溶解,冷却,用水洗去表皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锌。

B2.13 锌标准溶液:移取 20.00 mL 锌标准贮存溶液(B2.12),置入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锌。

B2.14 锌标准溶液:移取 20.00 mL 锌标准溶液(B2.13),置入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 锌。

B3 仪器

B3.1 日本柳本 PE-21 型数字极谱仪。

B3.2 示波极谱仪导数极谱部分。

B3.3 银片为参比电极。

B4 分析步骤**B4.1 试料**

按表 B1 称取试样:

表 B1

锌量, %	试料, g
0.001~0.1	0.500 0±0.000 5
>0.1~0.25	0.200 0±0.000 3
>0.25	0.100 0±0.000 3

B4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

B4.3 测定

B4.3.1 将试料(B4.1)置于瓷坩埚中,在 550℃ 高温炉中灼烧 1 h,将试料转入 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用水润湿,加入 10 mL 盐酸(B2.1),盖上表皿,置于低温电热板上溶解 20 min,用少量水洗去表皿,再加入 5 mL 硝酸(B2.2),加入 3 mL 氢氟酸(B2.3),加入 1 mL 高氯酸(B2.4)(若试料中铅量大于 10 mg,改为加入 2 mL 硫酸(1+1 V+V)继续加热溶解,蒸至冒烟尽,取下,冷却)。

B4.3.2 加入 15 mL 盐酸(B2.6)盖表皿微热溶解盐类,将此溶液倾入交换柱(B2.11)上进行过滤、交换。用盐酸(B2.7)洗烧杯及滤纸至无黄色,弃去滤纸后,继续用盐酸(B2.7)洗柱子(洗尽铜、铁等干扰总共需 30~50 mL 盐酸(B2.7)),用 50 mL 热水淋洗锌(水加热至沸,稍待片刻,分次倒入漏斗),流出液用 50 mL 烧杯承接,然后在电热板上蒸至小体积,用蒸馏水吹洗杯壁一次,继续蒸至近干。

B4.3.3 往烧杯中加入 5 滴盐酸(B2.5),盖上表皿,微热,加入 10 mL 氢氧化铵-氯化铵-亚硫酸钠底液(B2.9),加入 15 mL 水,摇匀,放置 30 min。

B4.3.4 倾出部分溶液于电解池中,选择适当的电流倍率,用极谱仪导数部分进行测定,于起始电位为

附录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 使用日立 180-80 型塞曼原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A1:

表 A1

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

A2 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),不影响锌的测定:Pb(4 000)、Na、K、Mg、Ca、Sr、Ba、Al、Mo、W、Fe 各(2 000);Mn、Co、Ni、Cu 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)。硅大于(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)对 Zn 的测定有负干扰。对于含硅高的样品,可采用氢氟酸溶样,以消除硅对 Zn 测定的影响。

A3 对采用氢氟酸溶样的试液,如果用玻璃器皿存放,宜在 2~4 h 内完成测定,或者将试液转移到塑料瓶中保存,否则会使结果偏高。

附录 B
阴离子交换树脂分离-氨性底液极谱法测定锌
(补充件)

本标准适用于铜矿石中 0.001% 以上锌的测定。

B1 方法提要

试料经灼烧、酸溶分解,在 $c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}$ 盐酸介质中,锌以络阴离子形式吸附于 717 阴离子交换树脂上,与镍、钴、锰、钒、砷等分离。铜、铁部分被吸附,镉同时被吸附。经 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 盐酸淋洗柱子,可分离绝大部分铜、铁。再用 50 mL 热蒸馏水淋洗柱子,锌先被淋洗下来,镉仍吸附在树脂上而不影响锌的测定。在此条件下,用 717 树脂分离富集锌,当铜(II)、铁(II)100 mg;钨(VI)、钼(VI)、铋(V)、铊(III)5 mg;锡(II)10 mg;铟(III)400 μg ;镉(II)、铈(III)200 μg ;硒(IV)、金 50 μg 存在于溶液中时,均可与锌分离。在氢氧化铵-氯化铵-亚硫酸钠底液中,用示波极谱仪导数部分进行锌测定,峰电位约为 -1.20 V (对银片电极)。若试料中铅量大于 10 mg,可在溶解试料时,加入 2 mL 硫酸(1+1 V+V)使铅呈硫酸铅沉淀而与锌分离。

B2 试剂

- B2.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。
B2.2 硝酸($\rho 1.40 \text{ g/mL}$)。
B2.3 氢氟酸($\rho 1.13 \text{ g/mL}$)。
B2.4 高氯酸($\rho 1.75 \text{ g/mL}$)。
B2.5 盐酸(1+1 V+V)。
B2.6 盐酸[$c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}$]。
B2.7 盐酸[$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$]。
B2.8 硝酸(10% V/V)。

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
锌的测定

GB/T 14353.3—93

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of zinc

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中锌含量的测定方法。

本标准适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中锌含量的测定。第一篇测定范围:1%以上;第二篇测定范围:0.01%~5%;第三篇测定范围:0.01%~15%。

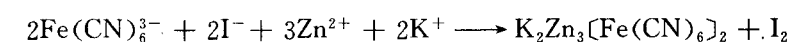
2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

第一篇 碘量法

3 方法提要

试料经盐酸、硝酸分解,蒸至湿盐状,加氯化铵搅拌至沙粒状,加氢氧化铵和溴水沉淀铁和锰,在微酸性溶液中,先以碘量法滴定铜。然后加入苯二甲酸氢钾、铁氰化钾溶液,析出与锌等物质量的碘,以硫代硫酸钠标准溶液滴定,用以计算锌的量。反应式如下:



4 试剂

- 4.1 氯化铵。
4.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。
4.3 硝酸($\rho 1.40 \text{ g/mL}$)。
4.4 氢氧化铵($\rho 0.90 \text{ g/mL}$)。
4.5 硫酸[$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$]:准确加入 4.0 mL 硫酸(1+1 V+V)于水中,用水稀释至 720 mL,摇匀。
4.6 氯化铵-氢氧化铵溶液:称取 5 g 氯化铵,用氢氧化铵(5% V/V)溶解并定容至 100 mL,摇匀。
4.7 饱和溴水:取纯溴约 15 mL,置于盛有 500 mL 水的磨砂口塞玻璃瓶中,小心摇动使溴溶解(放置过夜使其饱和)。
4.8 苯二甲酸氢钾溶液(10% m/V)。

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施