

ICS 73.060
D 43



中华人民共和国国家标准

GB/T 17416.1—1998

GB/T 17416.1—1998

锆矿石化学分析方法 二甲酚橙光度法测定锆(铪)量

Method for chemical analysis of Zirconium ores—
Determination of Zirconium (Hafnium) content—
Xylenol orange photometric method

中华人民共和国
国家标准
锆矿石化学分析方法
二甲酚橙光度法测定锆(铪)量
GB/T 17416.1—1998

*
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.bzcs.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

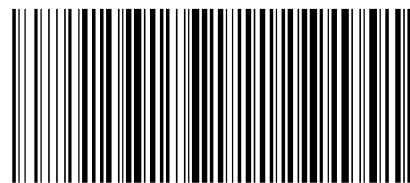
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2005年8月第一版 2005年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-23194 定价 8.00 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—1998

1998-06-17 发布

1999-01-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

近年来,地质矿产部实验系统对稀有、稀土元素的测试,做了大量工作,积累了极其丰富的经验,不少方法的质量水平已达到标准要求。

本标准在现有分析方法中,按准确、先进、简便、实用原则筛选制订。

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沈阳综合岩矿测试中心技术归口。

本标准起草单位:地质矿产部沈阳综合岩矿测试中心。

本标准主要起草人:王家圻。

4.10 氯化铜溶液 $\rho(\text{CuCl}_2)=20 \text{ g/L}$ 。

4.11 硫脲溶液 $\rho[\text{CS}(\text{NH}_2)_2]=100 \text{ g/L}$ 。

4.12 二甲酚橙溶液 $\rho(\text{C}_{31}\text{H}_{28}\text{O}_{13}\text{N}_2\text{SNa}_4)=1 \text{ g/L}$ 。

4.13 溴化十六烷基三甲基胺溶液 $\rho(\text{CTMAB})=2 \text{ g/L}$ 。

4.14 二氧化锆标准溶液。

4.14.1 称取 0.100 0 g 二氧化锆(光谱纯)于铂坩埚中,加 10 滴硫酸(4.4)及 5~7 mL 氢氟酸(4.5),在电热板上蒸至冒浓白烟时取下,冷后沿坩埚壁用少量水淋洗一次,继续至冒白烟,重复处理一次,冷后用盐酸(4.3)提取,将溶液煮沸,放置冷却后用盐酸(4.3)稀至 1 000 mL 容量瓶,摇匀。此溶液每毫升含 100 μg 二氧化锆。

4.14.2 吸取 20.00 mL 二氧化锆标准溶液(4.14.1)于 200 mL 容量瓶中,用盐酸(4.3)稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升含 10 μg 二氧化锆。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

试样粒度应小于 74 μm ,并于 105 C 预干燥 2~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。按表 1 称取试样。

表 1 称取试样量

二氧化锆(二氧化铪)含量 $\times 10^{-2}$	试料 g
0.01~0.30	0.200 0 \pm 0.000 3
>0.30~2.00	0.100 0 \pm 0.000 3

6.2 空白试验

随同试料进行不少于 2 份空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

6.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于高铝坩埚或石墨坩埚中,加(3~4) g 过氧化钠(4.1),拌匀后,上面再覆盖 1 g,于 700 C 的高温炉中熔融 20 min,(锆矿石属于难熔矿石,因此,熔矿务必注意完全),中间摇动(1~2)次。

6.4.2 取出坩埚,冷却后置于 250 mL 烧杯中,熔融物用 100 mL 热三乙醇胺溶液(4.6)或三乙醇胺氢氧化钠溶液(4.7)提取(用三乙醇胺浸取熔融物时应注意所得溶液的碱度,尤其对于含硅量较高的样品或取样量较多时,可用三乙醇胺氢氧化钠溶液提取,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 CTMAB 后出现浑浊现象),待作用停止后,洗出坩埚,视沉淀多少加入(1~2) mL 氯化镁溶液(4.9),加入少许纸浆,煮沸 15 min 以驱除过氧化氢。

6.4.3 冷却后,用快速滤纸过滤,用热的氢氧化钠溶液(4.8)洗涤烧杯和沉淀 8~10 次,水各洗一次,用移液管吸取 38 mL 热盐酸(4.2)溶解沉淀于原烧杯中,将溶液置电热板上加热煮沸,经原滤纸将溶液过滤入 100 mL 容量瓶中(如试料中 ZrO_2 含量较低,可取 19 mL 热盐酸(4.2)溶解沉淀后过滤入 50 mL 容量瓶中),烧杯和滤纸用热水洗净,冷却后,用水稀释至刻度,摇匀备用。

6.4.4 分取 10 mL 试液(6.4.3)于 25 mL 容量瓶中[如分取 5 mL 试液,可补加 3.75 mL 盐酸(4.3)],加入 2 滴氯化铜溶液(4.10),2 mL 硫脲溶液(4.11),摇匀,放置片刻,加入 1.5 mL 二甲酚橙溶液(4.12),2 mL 溴化十六烷基三甲基胺溶液(4.13),用水稀释至刻度,摇匀。10 min 后,在波长 560 nm