

中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.14—2014
代替 GB/T 14353.14—1993

GB/T 14353.14—2014

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第 14 部分：锗量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ore—
Part 14: Determination of germanium content

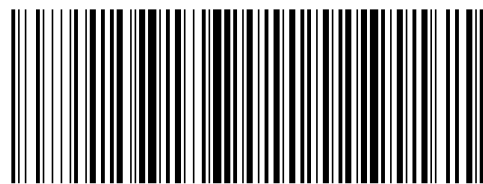
中华人民共和国
国家标准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第 14 部分：锗量测定
GB/T 14353.14—2014

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 13 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-50019 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)68510107



GB/T 14353.14—2014

2014-12-05 发布

2015-04-01 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

表 B.2 (续)

标准物质	GBW07235	GBW07237	GBW07164	GBW07163	GBW07165
标准物质认定值/(μg/g)	0.9	1.4	3.3	6.5	25
测量方法的偏倚(δ)	0.013	0.038	-0.177	-0.778	1.09
δ-AS _R	-0.002 3	-0.111 5	-0.385 0	-1.500 8	0.268 8
δ+AS _R	0.028 3	0.187 5	0.031 0	-0.055 2	1.911 2
RE%	1.44	2.71	-5.36	-11.97	4.36
$^a A = 1.96 \sqrt{\frac{n(\gamma^2 - 1) + 1}{\gamma^2 pn}}$					

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：钨量测定；
- 第 10 部分：钼量测定；
- 第 11 部分：银量测定；
- 第 12 部分：硫量测定；
- 第 13 部分：镓量、铟量、铊量、钨量和钼量测定；
- 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：铼量测定；
- 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 14 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 14353.14—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 四氯化碳萃取分离 溴化十六烷基三甲胺-苯芴铜光度法测定锗量》。

本部分与 GB/T 14353.14—1993 相比，主要变化如下：

- 增加了“原子荧光光谱法测定铜矿石、铅矿石和锌矿石中锗量”的分析方法；
- 删除了“四氯化碳萃取分离 溴化十六烷基三甲胺-苯芴铜光度法测定锗量”的分析方法；
- 增加了有关“警告”的内容：在标准名称后，标出了危险的一般性提示；在相关危险试剂后给出了警告（见 4.2, 4.3）；
- 在“精密度”中，增加了有关精密度的表述（见第 9 章）；
- 增加了第 6 章“试样”和第 10 章“质量保证与控制”；
- 增加了附录 B“实验室间试验结果数据的统计处理”和参考文献。

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(SAC/TC 93)归口。

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：李小寒、董亚妮、牟乃仓、田萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14353.14—1993。

附录 A

(资料性附录)

仪器参考工作条件及共存离子的干扰消除

A.1 仪器参考工作条件

仪器参考工作条件见表 A.1 和表 A.2。

表 A.1 原子荧光光谱仪的参考工作条件

灯电流 mA	负高压 V	载气流量 L/min	屏蔽气流量 L/min	原子化器的高度 mm
90	300	550	1 100	8

表 A.2 断续流动程序的参考工作条件

步骤	时间 s	转速 r/min	读数
1	3	0	NO
2	10	100	NO
3	3	0	NO
4	16	120	YES
5	0	0	NO

A.2 共存离子的干扰消除

A.2.1 溶液中铜含量为 320 mg/L、铅含量为 320 mg/L、锌含量为 1 000 mg/L 以内,对锗的测定没有干扰。

A.2.2 如果干扰元素的含量超过干扰允许量,可以通过稀释或减少取样量的办法来消除干扰。

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第 14 部分:锗量测定

警告: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、铅矿石和锌矿石中原子荧光光谱法测定锗量。

本部分适用于铜矿石、铅矿石和锌矿石中锗量的原子荧光光谱法测定。

测定范围:0.060 $\mu\text{g/g}$ ~100 $\mu\text{g/g}$ 的锗。

方法检出限:锗 0.021 $\mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的,凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包含所有的修改单)适用于本文件。

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 原理

试料采用氢氟酸-硝酸-硫酸分解,热磷酸(1+4)提取。在磷酸(1+4)介质中,锗与硼氢化钾反应生成氢化物气体,以氩气为载气导入电热石英炉中,火焰中的氢基与氢化物碰撞解离成自由原子,以锗的高强度空心阴极灯作为光源,在原子荧光光谱仪上测量锗的荧光强度,根据原子荧光强度计算试料中的锗量。

4 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。

4.1 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。

4.2 氢氟酸($\rho=1.13 \text{ g/mL}$)。警告:氢氟酸有毒,并有强腐蚀性,使用时应佩戴防腐手套,防止与皮肤接触!

4.3 硫酸(1+1)。警告:不当地稀释会发生危险!

4.4 磷酸溶液(1+4)。

4.5 硼氢化钾溶液 [$\rho(\text{KBH}_4)=30 \text{ g/L}$]:

称取 30 g 硼氢化钾于烧杯中,用氢氧化钾溶液 [$\rho(\text{KOH})=5 \text{ g/L}$] 搅拌溶解,并稀释至 1 000 mL,摇匀,使用时临时配制。

4.6 锗标准溶液按下列步骤配制:

a) 锗标准储备溶液 [$\rho(\text{Ge})=100 \mu\text{g/mL}$]

准确称取 0.144 1 g 经 600 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧过的光谱纯二氧化锗于 250 mL 烧杯中,加水约 50 mL,加入