

附录 A
(资料性附录)
有关说明

A.1 在本实验条件下,Cu(II)、Pb(II)、Zn(II)、Fe(III)、Mn(II) 200 mg; W、Mo(VI) 50 mg; Co(II) 20 mg, As(III)、Sb(V)、Bi(III) 6 mg; In(III) 0.4 mg; Au 0.06 mg; Se(IV)、Te(IV)、Ge(IV) 0.05 mg, 经萃取分离均不干扰测定。铊还原速度缓慢,加三氯化钛需放置 10 min 以上,可以消除干扰,测量溶液中,锡量超过 160 μg 有严重负干扰。锡量在 0.5 mg 以下,用过氧化钠熔样时,脱水除硅过程中,可以呈 SnCl_4 状态挥发除去,锡含量高则需提高蒸干脱水温度至 190 $^{\circ}\text{C}$,用浓盐酸反复处理方能除去(有氯化钠存在,镓不会损失)。

A.2 锌汞齐的制备:称取 100 g~150 g 金属锌粒,用盐酸(5+95)洗涤锌粒表面的氧化物,以水冲洗 2 次~3 次,加入内含 2 mL~4 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)的 150 mL 氯化高汞溶液(20 g/L)间歇搅拌 30 min,待锌粒表面非常明亮后,将上层溶液倾出,用水洗 4 次~5 次,将水倒尽,残留水用滤纸吸干。

A.3 三氯化钛杂质处理方法:将三氯化钛倒入新制备的锌汞齐(A.2)中,间歇搅拌 30 min 以上,倾出上层三氯化钛溶液于另一干燥的棕色瓶中,保存备用。



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.14—2010
代替 GB/T 14352.14—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 14 部分:镓量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 14: Determination of gallium content



GB/T 14352.14—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-41002

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

中华人民共和国
国家标准
钨矿石、钼矿石化学分析方法
第14部分：镓量测定
GB/T 14352.14—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 9 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷
*
书号：155066·1-41002 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

1 min,水相合并,加入 0.5 mL 氯化钠溶液(4.6),置于低温控温板上加热蒸发至刚干,有钠盐析出,加入 4 mL 盐酸(4.5),微热,待钠盐溶解后,用盐酸(4.5)移入 25 mL 带塞比色管中,用盐酸(4.5)洗涤烧杯并稀至 10 mL。

7.4.3 向比色管中加入 0.5 mL 三氯化钛(4.3),摇匀,放置 10 min~20 min,加入 0.5 mL 罗丹明 B 溶液(4.7),摇匀,加入 5 mL 甲苯-甲基异丁基甲酮溶剂(4.8),萃取 1 min,待分层后,放置 30 min。

注：有关说明见附录 A。

7.5 校准溶液系列配制

分取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 镓标准溶液 [4.9c)],分别置于一组 25 mL 带塞比色管中,补加盐酸(4.5)至 10 mL,以下按分析步骤(7.4.3)进行。

7.6 测定

于分光光度计上,波长 562 nm 处,用 0.5 cm 比色皿,以水作参比,测量校准溶液、试料溶液、空白试验溶液和验证试验溶液中的吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以镓量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的镓量。

8 结果计算

镓量以质量分数 $w(\text{Ga})$ 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Ca}) = \frac{(m_1 - m_0) \cdot V}{m \cdot V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——从校准曲线上查得分取试料溶液的镓量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得空白溶液的镓量,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 ——分取试料溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示为 $\times\times\times.\times\times.\times.\times\times$ 。

9 精密度

方法的精密度见表 2。

表 2 精密度 单位为微克每克

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
镓	13.8~32.0	$r=0.534\ 5+0.051\ 3\ m$	$R=(-0.037\ 6)+0.128\ 5\ m$
注：本精密度数据是由 5 个实验室对 8 个水平的试样进行试验确定。			

量瓶中,用盐酸(4.4)稀释至刻度,摇匀;

b) 镓标准溶液 $[\rho(\text{Ga})=20.0\ \mu\text{g}/\text{mL}]$:分取 20.00 mL 镓标准储备溶液[4.9a)],置于 200 mL 容量瓶中,用盐酸(4.4)稀释至刻度,摇匀;

c) 镓标准溶液 $[\rho(\text{Ga})=2.0\ \mu\text{g}/\text{mL}]$:分取 10.00 mL 镓标准溶液[4.9b)],置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(4.4)稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

5.1 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

5.2 分光光度计。

6 试样

6.1 按 GB/T 14505 的相关要求,加工试样粒度应小于 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

根据试样中镓量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

镓量/ $(\mu\text{g}/\text{g})$	试料量/g	分取试液量/mL
1~5	1	10.00~20.00
>5~10	1	10.00
>10~50	0.5	10.00
>50~100	0.2	10.00
>100~250	0.1	10.00
>250~500	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)置于镍坩埚中,加入 2 g~4 g 过氧化钠(4.1),搅拌均匀,上面覆盖 1 g 过氧化钠(4.1)置于已升温至 700 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中,保持 5 min~10 min,待样品刚全熔,取出,冷却,放入已盛有 30 mL~40 mL 热水的 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,待剧烈反应停止后,用水洗出坩埚,加入 20 mL 盐酸(4.4),使氢氧化物溶解,在控温板上低温蒸干,搅拌至砂粒状,使二氧化硅脱水。加入 20 mL 盐酸(4.5),微热使可溶盐类溶解,冷却,用盐酸(4.4)移入 50 mL 带塞比色管中,用盐酸(4.5)稀释至刻度,摇匀,放置澄清。

注:试料含硫高,可预先在高温炉中逐步升高温度至 500 $^{\circ}\text{C}$ ~550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h。

7.4.2 参见表 1 分取 5.00 mL~20.00 mL 试液,置于 60 mL 分液漏斗中,补加盐酸(4.5)至 10 mL,滴加三氯化钛(4.3)至三价铁全部还原,并使溶液呈紫红色为止,放置 10 min~20 min,加入等体积的乙酸丁酯(4.2),萃取 2 min,待分层后,水相弃去,加入 5 mL 盐酸(4.5),振摇 1 min,分层后水相弃去,重复洗涤一次,然后加入 10 mL 水,反萃取 1 min,水相放入 50 mL 烧杯中,再加 10 mL 水,反萃取

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:铼量测定。

本部分为 GB/T 14352 的第 14 部分。

本部分代替 GB/T 14352.14—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 乙酸丁酯萃取分离-罗丹明 B 光度法测定镓量》。

本部分与 GB/T 14352.14—1993 相比,主要变化如下:

- 增加了警示内容;
- 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:肖灵、周康民。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14352.14—1993。