



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.13—2012  
代替 GB/T 8151.13—2000

GB/T 8151.13—2012

## 锌精矿化学分析方法 第 13 部分：锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和 苯芴酮分光光度法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—  
Part 13: Determination of germanium content—  
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry and the  
phenyl fluorone spectrophotometric method

中华人民共和国  
国家标准  
锌精矿化学分析方法  
第 13 部分：锗量的测定  
氢化物发生-原子荧光光谱法和  
苯芴酮分光光度法  
GB/T 8151.13—2012

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(100013)  
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 15 千字  
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

书号: 155066·1-47151 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 8151.13—2012

2012-12-31 发布

2013-10-01 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

计算结果保留 2 位有效数字。

### 3.7 精密度

#### 3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这 2 个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 5 数据采用线性内插法求得。

表 5 重复性限

$w_{Ge}/\%$	0.000 51	0.004 0	0.012	0.057	0.11
$r/\%$	0.000 10	0.000 6	0.003	0.005	0.02

#### 3.7.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 6 数据采用线性内插法求得。

表 6 再现性限

$w_{Ge}/\%$	0.000 51	0.004 0	0.012	0.057	0.11
$R/\%$	0.000 12	0.001 0	0.004	0.010	0.03

### 3.8 试验报告

本条规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 本部分编号 GB/T 8151.13—2012;
- 使用方法 2;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

## 前 言

GB/T 8151《锌精矿化学分析方法》分为 20 个部分:

- 第 1 部分:锌量的测定 沉淀分离  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法和萃取分离  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法;
- 第 2 部分:硫量的测定 燃烧中和滴定法;
- 第 3 部分:铁量的测定  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法;
- 第 4 部分:二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 5 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法;
- 第 8 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第 10 部分:锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 11 部分:铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 12 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 13 部分:锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和苯芴酮分光光度法;
- 第 14 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 15 部分:汞量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 16 部分:钴量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 17 部分:锌量的测定 氢氧化物沉淀- $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法;
- 第 18 部分:锌量的测定 离子交换- $\text{Na}_2\text{EDTA}$  滴定法;
- 第 19 部分:金和银量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法;
- 第 20 部分:铜、铅、铁、砷、镉、铋、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 8151 的第 13 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 8151.13—2000《锌精矿化学分析方法 锗量的测定》。与 GB/T 8151.13—2000 相比,主要有如下变动:

- 对文本格式进行了修改;
- 补充了精密度和试验报告。

本部分方法 1 为氢化物发生-原子荧光光谱法;方法 2 为萃取分离苯芴酮分光光度法。以方法 1 作为仲裁方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 1 起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分方法 2 起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 1 参加起草单位:北京矿冶研究总院、株洲冶炼集团股份有限公司、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本部分方法 2 参加起草单位:北京矿冶研究总院、巴彦淖尔紫金有色金属有限公司、昆明冶金研究院、陕西东岭冶炼有限公司。

本部分方法 1 主要起草人:王洪刚、李杰、赵红艳、孔建敏、张应喜、王皓莹、袁玉霞、龙诗明、袁艺平、

李岩、董秀文。

本部分方法 2 主要起草人：李遵义、陈雪、王向红、王皓莹、马丽、朝鲁、王东、刘维理、张灏宇、车红芳、徐雅维。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8151.13—1987、GB/T 8151.13—2000。

表 4 试料质量、试液总体积和分取试液体积

锆质量分数/%	试料质量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.000 50~0.004 0	0.20	—	—
>0.004 0~0.020	0.20	50	10.00
>0.020~0.10	0.20	50	5.00

### 3.5.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

### 3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 3.5.4 测定

3.5.4.1 将试料(3.5.1)置于 100 mL 烧杯中,加 15 mL 硝酸(3.2.5),5 mL 磷酸(3.2.6),低温溶解试料至体积近 10 mL,用少量水吹洗烧杯壁,蒸至糊状,取下稍冷,再次用少量水吹洗烧杯壁,继续蒸至糊状,取下稍冷,加少量水溶解盐类,冷至室温。加 10 滴亚硫酸钠溶液(3.2.8)(锰高时,加至紫红色褪去并过量 10 滴)。

3.5.4.2 按表 4 用少量水将试料(3.5.1)洗入或以水稀释后分取至 125 mL 分液漏斗中,用水补至体积 10 mL。

3.5.4.3 加 30 mL 盐酸(3.2.4)于上述分液漏斗中,立即加入 20.0 mL 四氯化碳(3.2.2),振荡 1 min~2 min,静置 10 min 后,弃去数毫升有机相,分液漏斗颈内溶液用滤纸吸干,放出 10.0 mL 有机相于 10 mL 干燥的比色管内,加入 2.0 mL 无水乙醇(3.2.3)和 1.0 mL 苯芴酮乙醇溶液(3.2.9),混匀,放置 15 min。

3.5.4.4 移取部分溶液于 1 cm 干燥的吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 516 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得相应的锆量。

### 3.5.5 工作曲线的绘制

3.5.5.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锆标准溶液(3.2.11)分别于一组 125 mL 分液漏斗中,加 3 mL 磷酸(3.2.6),以水稀释至体积 10 mL,以下按 3.5.4.3 进行。

3.5.5.2 移取部分溶液于 1 cm 干燥的吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 516 nm 处测量其吸光度,以锆量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 3.6 分析结果的计算

锆含量以锆的质量分数  $w_{\text{Ge}}$  计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{\text{Ge}} = \frac{m_1 \cdot V_3 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的锆量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_3$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$V_4$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。