

中华人民共和国国家标准

钨矿石、钼矿石化学分析方法 蒸馏分离-苯芴酮-十六烷基三甲基 溴化铵光度法测定锗量

GB/T 14352.15—93

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—Determination of germanium content—Distillation separation—phenyl fluorone cetyltrimethyl-ammonium bromide photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钨矿石、钼矿石中锗含量的测定方法。

本标准适用于钨矿石、钼矿石中锗含量的测定,测定范围 1~200 $\mu\text{g/g}$ 。

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

3 方法提要

试样经硝酸-氢氟酸-硫酸分解除硅,冒硫酸烟赶尽氟,再经过氧化钠碱熔,在盐酸介质中蒸馏 GeCl_4 ,与其他干扰元素分离,在稀盐酸介质中,有亚硫酸钠存在下,锗与苯芴酮-十六烷基三甲基溴化铵形成稳定的橙红色三元络合物,于分光光度计上,波长 508 nm 处,测量吸光度。

4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 无水亚硫酸钠。

4.3 硝酸 $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ 。

4.4 氢氟酸 $\rho=1.15 \text{ g/mL}$ 。

4.5 磷酸 $\rho=1.7 \text{ g/mL}$ 。

4.6 盐酸 $\rho=1.18 \text{ g/mL}$ 。

4.7 硫酸(1+1 V+V)。

4.8 氢氧化钠 $c(\text{NaOH})=1.0 \text{ mol/L}$ 。

4.9 氢氧化钠 $c(\text{NaOH})=10.0 \text{ mol/L}$ 。

4.10 亚硫酸钠溶液(20% m/V)。

4.11 十六烷基三甲基溴化铵(简称 CTAB)(1% m/V):称取 1 g 十六烷基三甲基溴化铵溶于 100 mL 沸水中,搅拌使其溶解至清亮,冷却后使用。

4.12 苯芴酮乙醇溶液(0.06% m/V):称取 60 mg 苯芴酮溶于含有 2 mL 盐酸(4.6)的 100 mL 无水乙醇中,搅拌至全部溶解。

4.13 锗标准贮存溶液:称取 0.144 1 g GeO_2 (99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 沸水,不断搅

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施

拌溶解,冷却,用水稀释至 1 000 mL 量瓶中,摇匀,此溶液每毫升含 100 μg 锆。

4.14 锆标准溶液:分取 10.00 mL 锆标准贮存溶液(4.13),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀,此溶液每毫升含 10 μg 锆。

4.15 锆标准溶液:分取 10.00 mL 锆标准溶液(4.14),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀,此溶液每毫升含 1 μg 锆。

4.16 酚酞指示剂(1 g/L)。

5 仪器

5.1 简易蒸馏装置见图 1:

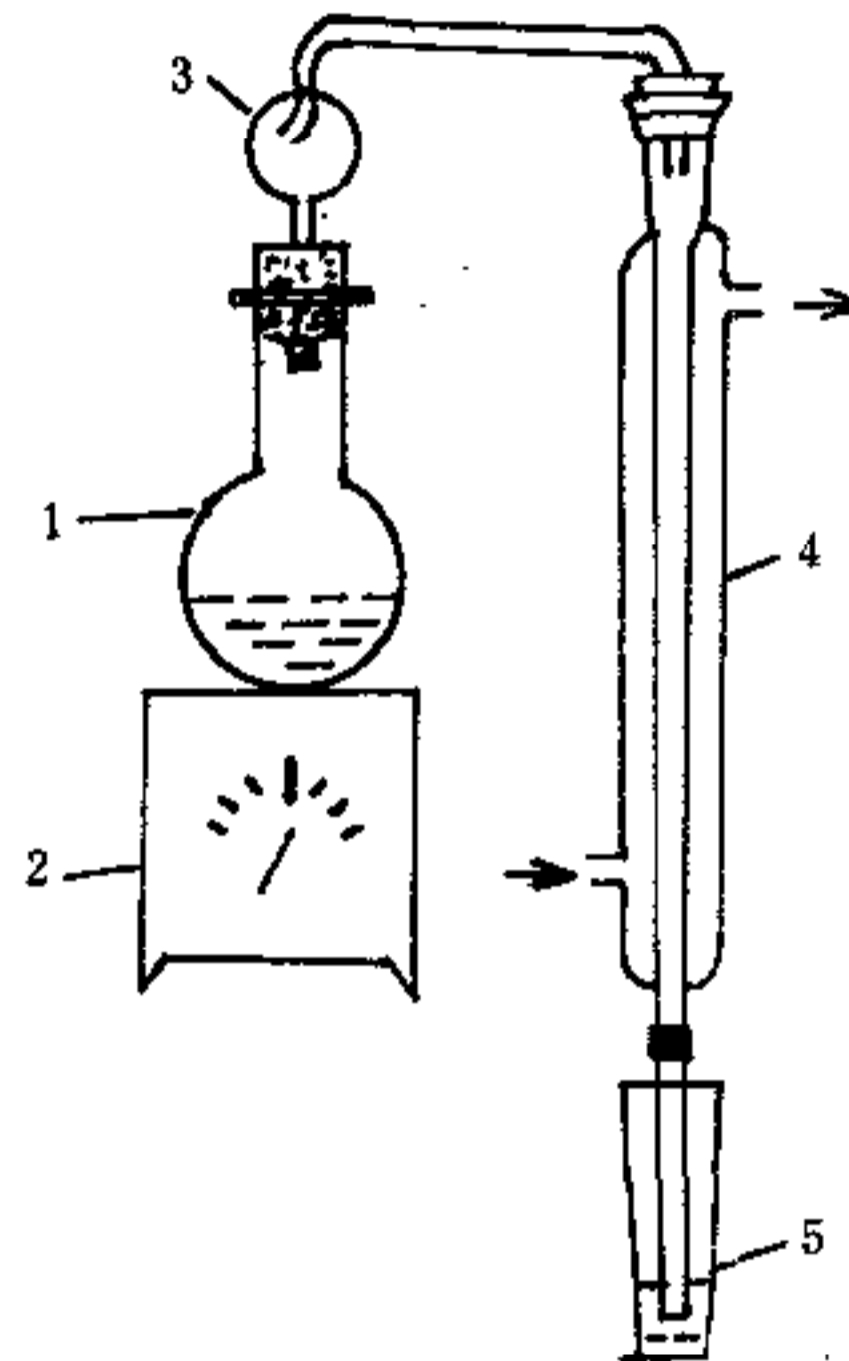


图 1

1—平底烧瓶;2—万用电炉;3—氮球;
4—冷凝管;5—吸收管

5.2 分光光度计

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 分取试样 试样粒度应小于 0.097 mm,装入小瓶,在 80℃烘 2 h,置干燥器中备用。

表 1

锆量, μg/g	试料, g	试液移取量, mL
1~10	1.000 0±0.001	25.00
>10~20	1.000 0±0.001	25.00
>20~40	0.500 0±0.000 5	25.00
>40~100	0.200 0±0.000 3	25.00
>100~200	0.100 0±0.000 3	25.00

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 校正试验