



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.12—2010
代替 GB/T 14352.12—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 12 部分：银量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 12: Determination of silver content

www.tungsten.com.cn

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 发布
中国国家标准化管理委员会



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 12 部分。

本部分代替 GB/T 14352.12—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 砷基异丁基甲酮萃取火焰原子吸收分光光度法测定银量》。

本部分与 GB/T 14352.12—1993 相比,主要变化如下:

- 增加了警示、警告内容;
- 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:江冶、高孝礼。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14352.12—1993。

钨矿石、钼矿石化学分析方法

第12部分:银量测定

警示: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 14352的本部分规定了钨矿石、钼矿石中银量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中银量的测定。

测定范围:0.5 $\mu\text{g/g}$ ~20 $\mu\text{g/g}$ 的银。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 14352的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

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

试料经盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸分解后,在盐酸-碘化钾-抗坏血酸介质中,以甲基异丁基甲酮萃取分离后,有机相直接进行火焰原子吸收测量,计算银量。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL),警告:氢氟酸有毒并有腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触。

4.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL),警告:易爆品,小心操作!

4.5 甲基异丁基甲酮。

4.6 盐酸(1+1)。

4.7 盐酸(1+9)。

4.8 高氯酸(1+1)。

4.9 混合试剂溶液:

称取30 g碘化钾、20 g抗坏血酸,用盐酸(4.7)溶解后稀释至100 mL。

4.10 银标准溶液:

a) 银标准储备溶液[$\rho(\text{Ag})=100.0 \mu\text{g/mL}$]:称取0.1575 g硝酸银(优级纯),置于200 mL烧杯中,加入盐酸(4.6)溶解,用盐酸(4.6)移入1000 mL容量瓶中,并用此盐酸稀释至刻度,摇匀;注:硝酸银预先在105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干2 h。

b) 银标准溶液[$\rho(\text{Ag})=10.0 \mu\text{g/mL}$]:分取20.00 mL银标准储备溶液[4.10a)],置于200 mL



GB/T 14352.12—2010

容量瓶中，用盐酸(4.7)稀释至刻度，摇匀；

- c) 银标准溶液 $[\rho(\text{Ag})=1.0 \mu\text{g}/\text{mL}]$ ：分取10.00 mL银标准溶液[4.10b)]，置于100 mL容量瓶中，用盐酸(4.7)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 原子吸收分光光度计，附银空心阴极灯。

6 试样

- 6.1 按GB/T 14505的相关要求，加工试样粒径应小于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

根据试样中银量按表1称取试料量，精确至0.1 mg。

表1 试料量

银量/($\mu\text{g}/\text{g}$)	试料量/g
0.5~2	1
>2~5	0.5
>5~50	0.2

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

称取试料(7.1)置于100 mL塑料烧杯中，用适量水润湿。加1 mL高氯酸(4.4)、15 mL盐酸(4.1)，在电热板上加热分解几分钟。取下稍冷后，加5 mL硝酸(4.2)。待剧烈作用停止后，加5 mL氯氟酸(4.3)，在电热板上加热分解，并蒸发至高氯酸烟冒尽。趁热加入4 mL盐酸(4.6)溶解盐类。用蒸馏水移入25 mL比色管中，并稀释至20 mL，摇匀。加入2 mL混合试剂溶液(4.9)摇匀，再加5 mL甲基异丁基甲酮(4.5)盖塞，振荡1 min，静置分层后，备测。

注：有关说明见附录A。

7.5 校准溶液系列配制

分取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL银标准溶液[4.10c)]，分别置于一组25 mL带塞比色管内，用盐酸(4.7)稀至20 mL，摇匀。

加入2 mL混合试剂溶液(4.9)，摇匀，再加5 mL甲基异丁基甲酮(4.5)，盖塞，振荡100次，静置，分层后，备测。

7.6 测定

警告：应按照原子吸收分光光度计的使用规程点燃或熄灭空气-乙炔火焰，以避免可能引起的爆炸危险！

参照附录A表A.1仪器工作条件，测量校准溶液、试料溶液、空白试验溶液和验证试验溶液有机相的吸光度。



7.7 校准曲线绘制

以钨量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查得相应的钨量。

8 结果计算

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

$$w(\text{Ag}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的钨量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得空白溶液的钨量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g)。

计算结果表示为 $\times\times.\times\times,\times\times,\times\times,0.\times\times$ 。

9 精密度

方法精密度见表 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
钨	0.74~16.0	$r=0.101\ 0+0.094\ 0m$	$R=0.342\ 1+0.154\ 1m$

注:本精密度数据是由 5 个实验室对 6 个水平的试样进行试验确定。



GB/T 14352.12—2010

附录 A
(资料性附录)
有关说明

A.1 使用塞曼型原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1 仪器参考工作条件

波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	燃烧器高度/ mm	空气压力/ MPa	乙炔压力/ MPa
328.1	7.5	1.8	7.5	0.16	0.02

A.2 萃取前,水相的盐酸浓度的适宜范围 2%~12%,碘化钾溶液(300 g/L)用量范围 2 mL~4 mL,60 mg 以下的铁加入抗坏血酸溶液(200 g/L)2 mL 为宜。

A.3 甲基异丁基甲酮在水溶液中有一定的溶解度。萃取时,应使试料溶液和校正曲线系列的水相体积相同。当样品中银量超过校准曲线范围时,应移取有机相在干净比色管中稀释,或重新移取试液另行萃取。

www.tungsten.com.cn