



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.17—2010
代替 GB/T 14352.17—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 17 部分：碲量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 17: Determination of tellurium 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
中国国家标准化管理委员会

发布



前 言

GB/T 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 18 个部分法：

- 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 17 部分。

本部分代替 GB/T 14352.17—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 丁基罗丹明 B 光度法测定碲量》。

本部分与 GB/T 14352.17—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：蔡玉曼、张培新。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14352.17—1993。

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 17 部分:砷量测定

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 14352 的本部分规定了钨矿石、钼矿石中砷量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中砷量的测定。

测定范围:0.5 $\mu\text{g/g}$ ~100 $\mu\text{g/g}$ 的砷。

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

试料经硝酸-氢氟酸-硫酸分解,盐酸介质中沉淀钨酸,过滤除去。在共沉淀剂砷的存在下,以次亚磷酸钠还原砷至单体。于硫酸和氢溴酸溶液中,溴化砷络阴离子与丁基罗丹明 B 生成蓝紫色固相化合物,被苯萃取。在分光光度计上,于波长 565 nm 处,测量有机相的吸光度,计算砷量。

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 次亚磷酸钠。

4.2 苯。

4.3 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.4 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。

4.5 过氧化氢。

4.6 硫酸(1+1),警告:不当的稀释易发生危险。

4.7 盐酸(1+1)。

4.8 盐酸(15+85,含少量次亚磷酸钠)。

4.9 硫酸铜溶液(156 g/L):

称取 15.6 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),加入 4 mL 硫酸(4.6),用水稀释至 100 mL,搅拌溶解。此溶液 1 mL 含硫酸铜 100 mg。

4.10 砷酸氢二钠溶液(4.2 g/L):

称取 0.42 g 砷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶解于水中,用水稀释至 100 mL,摇匀,此溶液 1 mL 含砷 1 mg。



GB/T 14352.17—2010

4.11 溴-氢溴酸溶液:

量取 60 mL 氢溴酸(ρ 1.50 g/mL)置于 250 mL 容量瓶中,加入 140 mL 水,1 mL 溴,摇动溶解。

4.12 溴化钠溶液 $c(\text{NaBr})=4 \text{ mol/L}$ 。

4.13 丁基罗丹明 B 溶液(2 g/L)。

4.14 碲标准溶液:

a) 碲标准储备溶液 [$\rho(\text{Te})=100.0 \mu\text{g/mL}$]:称取 0.025 0 g 金属碲(99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用适量水润湿,盖上表面皿,沿杯壁加入 30 mL 硝酸(4.3),在电热板上低温加热溶解,加入 20 mL 硫酸(4.6),继续加热至冒三氧化硫白烟。取下,冷却。用水吹洗烧杯壁,再加热至刚冒三氧化硫白烟,取下,冷却。用适量水洗去表面皿,加入 50 mL 水,移入 250 mL 容量瓶中,加入 30 mL 硫酸(4.6)、50 mL 水,冷至室温,用水稀释至刻度,摇匀;

b) 碲标准溶液 [$\rho(\text{Te})=10.0 \mu\text{g/mL}$]:移取 20.00 mL 碲标准储备溶液[4.14a)],置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,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,加工试样粒径应小于 $97 \mu\text{m}$ 。

6.2 试样应在 $105 \text{ }^\circ\text{C}$ 预干燥 2 h,含硫矿物的试样在 $60 \text{ }^\circ\text{C} \sim 80 \text{ }^\circ\text{C}$ 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

根据试样中碲量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

碲量/ $(\mu\text{g/g})$	试料量/g
0.5~10	1
>10~20	0.5
>20~50	0.2
>50~100	0.1

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 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,水润湿,加入 10 mL 硝酸(4.3)、10 mL 氢氟酸(4.4)、10 mL 硫酸(4.6),置于控温板上加热分解($180 \text{ }^\circ\text{C}$),逐渐升高温度至 $300 \text{ }^\circ\text{C}$,待冒三氧化硫白烟。取下,冷却。用水吹洗杯壁,再加热至冒三氧化硫白烟。取下,冷却。

7.4.2 加入 20 mL 盐酸(4.7),盖上表面皿,置于控温板上低温($160 \text{ }^\circ\text{C}$)加热 10 min,取下,放置 2 h 或过夜。用定量滤纸过滤,滤液以 250 mL 烧杯承接,用盐酸(4.7)洗涤烧杯及沉淀 12 次~15 次,残渣弃去,滤液总体积控制在 150 mL,加入 1 mL 硫酸铜溶液(4.9)、2 mL 砷溶液(4.10)、4 g~7 g 次亚磷酸

钠(4.1),充分搅拌,待三价铁黄色退去,及次亚磷酸钠固体全部溶解。置于控温板上加热至出现棕色混浊,移至低温处保温至溶液清亮。

注:加热至出现棕色混浊时切忌煮沸。

7.4.3 用脱脂棉过滤,以热的盐酸(4.8)洗涤烧杯及棉球12次,最后用热水洗涤12次,去掉漏斗颈口水柱。分次加入7 mL 溴-氢溴酸溶液(4.11),溶解沉淀,至黑色沉淀完全溶解。用水洗涤棉球8次,溶解液与洗液收集于25 mL 烧杯中。将烧杯置于控温板上,低温蒸发至小体积,加入5.5 mL 硫酸(4.6)蒸发至水分全部挥发尽,小心加入1滴过氧化氢(4.5),升高温度至刚冒三氧化硫白烟。取下,冷却。用适量水吹洗杯壁,继续蒸发至刚冒三氧化硫白烟。取下,冷却。溶液移入25 mL 带塞比色管中。冷至室温,用水稀释至10 mL,摇匀。

注:溶解沉淀时可用玻棒擦动棉球上黑色沉淀助溶。

7.4.4 于比色管中加入0.5 mL 溴化钠溶液(4.12),放置3 min,加入0.5 mL 丁基罗丹明B溶液(4.13)摇匀。立即加入10 mL 苯(4.2),萃取半分钟,放置20 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、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 碲标准溶液[4.14b)],分别置于一组25 mL 带塞比色管中,补加水至4 mL,加入5 mL 硫酸(4.6),摇匀,冷却。以下按分析步骤(7.4.4)进行。

7.6 测定

在分光光度计上,于波长565 nm处,用1 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有机相吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以碲量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查得相应的碲量。

8 结果计算

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

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

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得分取试料溶液的碲量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得空白溶液的碲量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g)。

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

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
碲	0.45~31.0	$r=0.2419m^{0.4883}$	$R=0.0883+0.3829m$

注:本精密度数据是由4个实验室对8个水平的试样进行试验确定。

附录 A
(资料性附录)
有关说明

- A.1 试料中若含有机物质较高,至冒三氧化硫白烟时,试液仍呈黑色或棕黑色,可盖上表面皿,分次小心滴加浓硝酸消化,至溶液呈淡黄色。
- A.2 单体沉淀时,保温所需时间,视溶液是否清亮为准,一般为 4 h。
- A.3 单体沉淀中若发现夹杂有淡黄色沉淀,则为残留在溶液中钨酸析出。可在经水洗净沉淀后,用 20 mL 热氢氧化钠溶液(50 g/L)分次溶解,再用热水洗 12 次,用以除去钨酸。
- A.4 经用次亚磷酸钠将铈还原成单体,可与 Cu、Pb、Zn、Cd、Sb、Bi、Co、Ni、Fe、Al、Ca、Mg、K、Na、Ti、Mn 等分离。Se、Au、Hg 亦能还原成单体析出,Se 在用氢溴酸赶 As 时挥发除去。Au 在冒三氧化硫白烟时,部分还原呈单体 Au,与残渣过滤除去,0.5 μg 以下 Au,不影响测定。Hg 的含量在 0.2 μg 以下,不影响测定。实际矿石中 Hg 含量甚微。
- A.5 在共沉淀时,由于钨钼也同时还原,消耗部分次亚磷酸钠,故应当多加次亚磷酸钠。
- A.6 加入苯后,能立即萃取为好。在测定份数多时,应分段分次加入苯萃取,以利控制加苯后,开始萃取的时间一致。