

中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.16—2010
代替 GB/T 14353.16—1993

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第 16 部分：碲量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—
Part 16: Determination of tellurium content

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



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法
第 16 部分：砷量测定
GB/T 14353.16—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 10 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-41019

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

前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量测定；
- 第 2 部分：铅量测定；
- 第 3 部分：锌量测定；
- 第 4 部分：镉量测定；
- 第 5 部分：镍量测定；
- 第 6 部分：钴量测定；
- 第 7 部分：砷量测定；
- 第 8 部分：铋量测定；
- 第 9 部分：钼量测定；
- 第 10 部分：钨量测定；
- 第 11 部分：银量测定；
- 第 12 部分：硫量测定；
- 第 13 部分：镓量、铟量和铊量测定；
- 第 14 部分：锗量测定；
- 第 15 部分：硒量测定；
- 第 16 部分：碲量测定；
- 第 17 部分：铈量测定；
- 第 18 部分：铜量、铅量、锌量、钴量和镍量测定。

本部分为 GB/T 14353 的第 16 部分。

本部分代替 GB/T 14353.16—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 单体分离-石墨炉原子吸收分光光度法测定碲量》。

本部分与 GB/T 14353.16—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：陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人：王龙山，李小寒。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14353.16—1993。

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

第 16 部分：砷量测定

警示：使用本部分的人员应经过相关专业的技术培训，具有一定的工作经验。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 14353 的本部分规定了铜矿石、铅矿石和锌矿石中砷量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石和锌矿石中砷量的测定。

测定范围：0.2 $\mu\text{g/g}$ ~ 20 $\mu\text{g/g}$ 的砷。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14353 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-高氯酸分解后，于盐酸介质中，在共沉淀剂砷的存在下，以次亚磷酸钠还原砷和砷至单体。单体经硝酸溶解，在 1% 硝酸溶液中，以镍作基体改进剂，在波长 214.3 nm 处，采用石墨炉原子吸收分光光度计测定砷。

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 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)警告：氢氟酸有毒，具有强腐蚀性，操作时应戴手套，防止与皮肤接触！

4.4 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)警告：该试剂为易爆品，小心操作！

4.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.6 盐酸(2+98)。

4.7 盐酸(3+17)。

4.8 硝酸(1+99)。

4.9 硫酸铜-硫酸溶液 [$\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 156 \text{ g/L}$] · [硫酸(2+98)]：

此溶液 1 mL 含 100 mg 的 CuSO_4 。

4.10 砷酸氢二钠溶液 [$\rho(\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 21 \text{ g/L}$] (此溶液 1 mL 含 5 mg 砷)。

4.11 硝酸镍溶液 [$\rho(\text{Ni}) = 2 \text{ mg/mL}$]：

称取 2.82 g 三氧化二镍，加入 10 mL 硝酸(4.2)，加热溶解，冷却，用少量水洗去表皿，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.12 碲标准溶液配制:

- a) 碲标准储备溶液 $[\rho(\text{Te})=100\text{ }\mu\text{g/mL}]$:称取 50.0 mg 金属碲(99.99%),置于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,盖上表面皿,加入 30 mL 硝酸(4.2),在电热板上低温加热溶解后,加入 20 mL 水,温热,冷却,用水洗去表面皿,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;
- b) 碲标准溶液 $[\rho(\text{Te})=10\text{ }\mu\text{g/mL}]$:移取 20.00 mL 碲标准储备溶液[4.12a)],置于 200 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(4.2)用水稀释至刻度,摇匀;
- c) 碲标准溶液 $[\rho(\text{Te})=1\text{ }\mu\text{g/mL}]$:移取 20.00 mL 碲标准溶液[4.12b)],置于 200 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(4.2)用水稀释至刻度,摇匀;
- d) 碲标准溶液 $[\rho(\text{Te})=0.1\text{ }\mu\text{g/mL}]$:移取 20.00 mL 碲标准溶液[4.12c)],置于 200 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(4.2)用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

5.1 石墨炉原子吸收分光光度计(带有塞曼效应或连续光谱灯背景校正器),碲元素空心阴极灯。

5.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

6.1 按照 GB/T 14505 的相关要求,加工试样的粒径应小于 97 μm 。

6.2 试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中碲量,按表 1 称取试料,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

碲量/ ($\mu\text{g/g}$)	试料量/ g	分取试液体积/ mL
0.2~0.5	0.5	—
>0.5~1	0.2	—
>1~4	0.1	—
>4~10	0.1	4.00
>10~20	0.1	2.00

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

随同试料分析同类型矿种、含量接近的标准物质。

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,用水润湿,加入 5 mL~20 mL 硝酸(4.2),5 mL~20 mL 氢氟酸(4.3),及 4 mL~8 mL 高氯酸(4.4),置于低温电热板上,加热溶解试料,逐渐升高温度(约 220 $^{\circ}\text{C}$)至出现高氯酸白烟,持续 2 min~3 min,取下,稍冷。用水吹洗杯壁,再加热至冒高氯酸白烟,取下,冷却。加入 20 mL~30 mL 水,加热煮沸,使可溶性盐类溶解,用棉花、纸浆过滤,滤液用 250 mL 烧杯承接。用盐酸(4.6)洗涤烧杯及沉淀 12 次~15 次,残渣弃去,滤液总体积不应超过 70 mL。

7.4.2 加入等体积盐酸(4.5),1 mL 硫酸铜-硫酸溶液(4.9),1 mL 砷酸氢二钠溶液(4.10)及 4 g 次亚

磷酸钠(4.1),充分搅拌,待三价铁黄色退去,次亚磷酸钠固体全部溶解,置于电热板上加热至出现棕色浑浊(切忌煮沸),移至低温处保温 4 h 或过夜。

7.4.3 用脱脂棉过滤,用热盐酸(4.7)洗涤烧杯及棉球共 12 次~15 次,用热水洗涤 12 次,用热硝酸(4.2)[含几滴盐酸(4.5)]分次溶解沉淀于 25 mL 烧杯中,用水洗涤棉球 6 次,加入 2.5 mL 硝酸镍溶液(4.11),置于电热板上低温蒸发至干,加入 2 mL 硝酸(4.8),加热溶解盐类,取下,移入 10 mL 带塞比色管中,用硝酸(4.8)稀释至刻度,摇匀。

7.5 校准系列溶液配制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 碲标准工作溶液[4.12d)]于一组 250 mL 烧杯中,分别加入 65 mL 水,以下按分析步骤(7.4.2~7.4.3)操作,再补加入 2.5 mL 硝酸镍溶液(4.11)摇匀。

7.6 测定

7.6.1 分取 50 μL 试液(7.4.3)置于石墨管中,按仪器工作条件,测量吸光度值。同时进行校准系列溶液、空白试验样溶液和验证试验溶液的测定(参考附录 A)。

7.6.2 当碲量大于 4 μg/g 时,按表 1 分取试液(7.4.3),置于 10 mL 带塞比色管中,补加 2.5 mL 硝酸镍溶液(4.11),用硝酸(4.8)稀释至刻度,摇匀。以下按分析步骤(7.6.1)进行测定,同时进行空白试验溶液和标准物质溶液的测定。

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,从校准曲线上得到相应的碲量。

8 结果计算

碲量以质量分数 $w(\text{Te})$ 计,数值用 μg/g 表示,按下式计算:

$$w(\text{Te}) = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得的分取试料溶液中的碲量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线查得的空白试验溶液的碲量,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)。

计算结果表示到小数点后两位。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 方法的精密度 单位为微克每克

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Te	0.41~15.8	$r=0.009\ 6+0.250\ 0\ m$	$R=0.188\ 4+0.261\ 2\ m$
注:精密度数据由 4 个实验室对 4 个水平的试样进行试验确定。			

附 录 A
(资料性附录)

仪器工作参考条件及共存离子干扰情况

A.1 仪器参考工作条件

石墨炉原子吸收分光光度计参考工作条件见表 A.1、表 A.2。

表 A.1 石墨炉原子吸收分光光度计参考工作条件

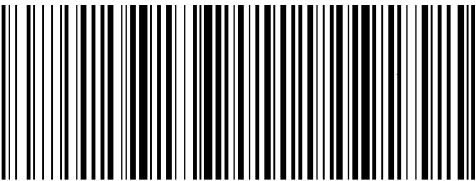
波长/ nm	无极灯功率/ W	单色器通带/ nm	原子化器	氩气流量/ (mL/min)	进样体积/ μL	测量方式
214.3	5.5	2	普通管型	300 ¹⁾	50	峰高

表 A.2 石墨炉原子化器加热程序

步 骤	温度/℃	升温时间/ s	保持时间/ s
干燥阶段	130	20	40
	350	15	30
灰化阶段	1 000	5	15
原子化阶段	2 400	1	5
清除残留	2 600	1	4

A.2 共存离子的干扰情况

矿石中金属元素 Cu、Pb、Zn、Gd、Sb、Bi、Co、Ni、Ag 等,以及基体元素 Fe、Al、Ca、Mg、K、Na、Ti、Mn 等都不被还原成单体而保留在溶液中。Se、Au、Hg 虽然还原成单体析出,而且在用硝酸溶解碲、砷单体沉淀时,以上三元素也同时溶解。但在测量液中 1 μg/g 的 Se 及 Au,对测定 Te 无影响,溶液中含砷量在 0.05 mg/mL~0.15 mg/mL 之间,碲的吸光度变化不大,可用空白试验溶液配制校准溶液系列,使校准系列溶液中砷的浓度与试料溶液一致,试料中含砷量过高时,应控制试料量或加大测量溶液的体积,使砷在测量溶液的浓度不超过上述范围。铜、铅、锌矿石中 Hg 的含量甚微,可以不予考虑。



GB/T 14353.16-2010

版权专有 侵权必究
*

书号:155066 • 1-41019