

中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.11—2010
代替 GB/T 14352.11—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 11 部分：铋量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 11: Determination of bismuth 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
钨矿石、钼矿石化学分析方法
第 11 部分：铋量测定
GB/T 14352.11—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 8 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-40999

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 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 11 部分。

本部分代替 GB/T 14352.11—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定铋量》。

本部分与 GB/T 14352.11—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 14352.11—1993。

钨矿石、钼矿石化学分析方法

第 11 部分：铋量测定

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、钼矿石中铋量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中铋量的测定。

测定范围：0.02%~1%的铋。

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

试料用王水分解，在盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计上波长 223.1 nm 处，测量铋的吸光度，计算铋量。

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 盐酸(1+9)。

4.4 王水(1+1):75 mL 盐酸(4.1)加 25 mL 硝酸(4.2)与 100 mL 水混合，现用现配。

4.5 铋标准溶液：

a) 铋标准储备溶液[$\rho(\text{Bi})=1.0 \text{ mg/mL}$]：称取 1.000 0 g 金属铋(99.99%)，置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(4.2)，加热溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用盐酸(4.3)稀释至刻度，摇匀；

b) 铋标准溶液[$\rho(\text{Bi})=100.0 \mu\text{g/mL}$]：吸取 50.00 mL 铋标准储备溶液[4.5a)]于 500 mL 容量瓶中，用盐酸(4.3)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，附铋空心阴极灯。

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

根据试样中铋量按表 1 称取试料,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

铋量/ %	试料量/ g	分取试液体积/ mL
0.02~0.1	0.5	原液(50)
>0.1~0.2	0.2	原液(50)
>0.2~0.5	0.1	原液(50)
>0.5~1.0	0.1	25.00

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

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料的分解

7.4.1 将试料(7.1)置于 150 mL 烧杯中,加入适量水润湿,加 20 mL 王水(4.4),盖上表面皿,在低温电热板上煮沸 1 h~1.5 h,控制体积 10 mL 左右,取下冷却。用盐酸(4.3)吹洗表面皿,并将溶液移入 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,放置溶液澄清(A 液)。

7.4.2 按表 1 分取试样溶液(7.4.1)于 50 mL 容量瓶中,用盐酸(4.3)稀释至刻度,摇匀(B 液)。

注:有关说明见附录 A。

7.5 校准溶液系列的配制

分取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 铋标准溶液[4.5b)],分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 王水(4.4),用盐酸(4.3)稀释至刻度,摇匀。

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(A 液)或(B 液)、空白试验溶液和验证试验溶液铋的吸光度。

7.7 校准曲线的绘制

以铋量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查得相应的铋量。

8 结果计算

铋的含量以质量分数 $w(\text{Bi})$ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Bi}) = \frac{(m_1 - m_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 ——从校准曲线上查得分取试料溶液的铋量，单位为微克(μg)；
 - m_0 ——从校准曲线上查得空白溶液的铋量，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 ——分取试料溶液体积，单位为毫升(mL)。
- 计算结果表示为： $\times.\times\times$ 、 $0.\times\times$ 、 $0.0\times\times$ 。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 精密度 %

元 素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
铋	0.024~0.25	$r=0.004\ 3+0.074\ 2\ m$	$R=0.003\ 4+0.117\ 5\ m$
注：本精密度数据是由 4 个实验室对 5 个水平的试样进行试验确定。			



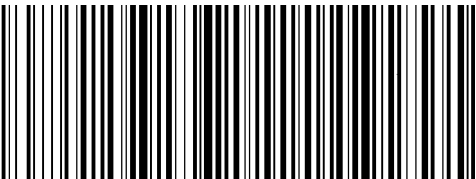
附录 A
(资料性附录)
有关说明

A.1 使用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	火焰状态	火焰区域
223.1	10	0.2	中性计量	蓝色明亮区

A.2 在本实验条件下,500 μg/mL 钨和 500 μg/mL 钼对铋的吸光度无影响。



GB/T 14352.11—2010

版权专有 侵权必究
*

书号:155066·1-40999