



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.10—2010
代替 GB/T 14353.10—1993

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第 10 部分：钨量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—
Part 10: Determination of tungsten 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 10 部分：钨量测定

GB/T 14353.10—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：155066·1-41016

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 10 部分。

本部分代替 GB/T 14353.10—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 硫酸-苯羟乙酸-辛可宁-氯酸钾底液催化极谱法测定钨量》。

本部分与 GB/T 14353.10—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：罗振岐、胡建平、牟乃仓。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14353.10—1993。

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

第 10 部分：钨量测定

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 14353 的本部分规定了铜矿石、铅矿石和锌矿石中钨量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石和锌矿石中钨量的测定。

测定范围：1 $\mu\text{g/g}$ ~200 $\mu\text{g/g}$ 的钨。

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

试料经碱熔分解，热水提取。铁、钛、钴、镍等元素呈氢氧化物沉淀与钨分离，在硫酸-苯羟乙酸-辛可宁-氯酸钾体系中，钨产生灵敏的极谱催化波。在极谱仪上，起始电位为-0.5 V（以甘汞电极为参比电极），峰电位约为-0.76 V（对饱和甘汞电极）处，用极谱仪导数部分测量峰电流，计算钨量。

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 过氧化钠。

4.2 无水乙醇。

4.3 硫酸(1+1)，警告：不当的稀释会发生危险！

4.4 苯羟乙酸溶液(100 g/L)。

4.5 氯酸钾溶液(60 g/L)。

4.6 辛可宁溶液(4 g/L)：

称取 0.4 g 辛可宁，滴加硫酸(4.3)，用水移入 100 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。

4.7 钨标准溶液配制：

a) 钨标准储备溶液 $[\rho(\text{W})=200.0 \mu\text{g/mL}]$ ：称取 0.126 1 g 三氧化钨(99.99%)，置于 100 mL 烧杯中，加入 50 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)溶解，用水移入 500 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。立即转入塑料瓶中保存，备用；

b) 钨标准溶液 $[\rho(\text{W})=20.0 \mu\text{g/mL}]$ ：移取 50.00 mL 钨标准储备溶液[4.7a)]，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，备用；

c) 钨标准溶液 $[\rho(\text{W})=2.0 \mu\text{g/mL}]$ ：移取 50.00 mL 钨标准溶液[4.7b)]，置于 500 mL 容量瓶

中,加入 4.5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),用水稀释至刻度,摇匀;

- d) 钨标准溶液 $[\rho(W)=0.2\ \mu\text{g/mL}]$:移取 50.00 mL 钨标准溶液[4.7c)],置于 500 mL 容量瓶中,加入 4.5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),用水稀释至刻度,摇匀,此溶液用时现配。

4.8 甲基橙溶液(1 g/L)。

5 仪器和设备

5.1 示波极谱仪,参比电极:饱和甘汞电极。

5.2 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

5.3 石墨坩埚或优质高铝坩埚、银坩埚。

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 $97\ \mu\text{m}$ 。

6.2 试样在 $60\ ^\circ\text{C}\sim 80\ ^\circ\text{C}$ 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

称取 0.5 g 试料。

7.2 空白试验

随同试料做双份空白试验,所用试剂取自同一试剂瓶,加入同等的量。将两份试剂空白溶液合并,定容于 100 mL 容量瓶(供配制校准系列溶液用)。

注:校准系列中加入相应的空白试验溶液,抵消催化极谱体系产生硫酸钠对钨极谱峰的干扰。

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)置于高铝坩埚(或石墨坩埚或银坩埚),加入 3 g 过氧化钠(4.1),搅匀,再覆盖一层。将坩埚置于高温炉中,升温至 $700\ ^\circ\text{C}$,熔融 10 min,取出冷却。

注:试料含硫量高,先在高温炉中逐步升高温度至 $500\ ^\circ\text{C}$ 灼烧 1 h。

7.4.2 将坩埚置于 250 mL 烧杯中,加入 70 mL 沸水,再加几滴无水乙醇(4.2),立即盖上表面皿,置于高温电热板上,煮沸 5 min~10 min,用适量水洗去表面皿,洗出坩埚,冷却,用水移入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀,放置澄清或干过滤。

7.4.3 分取 10 mL 上层清液或干过滤溶液(7.4.2),置于 25 mL 容量瓶中,加入 1 滴甲基橙溶液(4.8),用硫酸(4.3)中和至溶液变成红色并过量 1 mL,冷却。加入 0.5 mL 苯羟乙酸溶液(4.4),0.5 mL 辛可宁溶液(4.6)及 10 mL 氯酸钾溶液(4.5),用水稀释至刻度,摇匀。放置 30 min,在 2 h 之内完成测量。

注:含钨量小于 $2\ \mu\text{g/g}$ 的试样,可改用加入 6 mL 氯酸钠溶液(250 g/L)代替加入 10 mL 氯酸钾溶液(60 g/L)。

7.5 校准溶液系列配制

移取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钨标准溶液[4.7d)],置于一组 25 mL 容量瓶中,加入 5 mL 空白溶液(7.2),以下按分析步骤(7.4.3)进行。

注:试样含钨量大于 $20\ \mu\text{g/g}$ 时,改用[4.7c)]标准溶液。

7.6 测量

警告:因汞极易挥发,其蒸汽剧毒!进入极谱测定间,应先打开通风设备(排风口应在房间的下部),保持室内空气流通,并小心操作!汞中毒的预防和处理参见附录 A。

将部分试液(7.4.3)倒入电解池中,选择适当的电流倍率,用示波极谱仪导数部分进行测定,起始电

位为-0.5 V(以甘汞电极为参比电极),记录峰电流值,同时进行校准系列溶液和验证试验溶液的测定。

7.7 校准曲线绘制

以钨量为横坐标,峰电流值为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上得到相应的钨量。

8 结果计算

钨的含量以质量分数 $w(W)$ 计,数值用 $\mu g/g$ 表示,按下式计算:

$$w(W) = \frac{m_1 V}{m V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得分取试料溶液中的钨量,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: $\times.\times\times,\times\times.\times,\times\times\times$ 。

9 精密度

方法精密度见表 1。

表 1 方法精密度 单位为微克每克

元 素	含量范围 m	重复性限 r	再现性限 R
W	1.27~29.4	$r = -0.004\ 2 + 0.097\ 0m$	$R = 0.506\ 1 + 0.241\ 9m$
注:方法精密度由 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)
汞中毒的预防和处理

- A.1 当测定液器皿有汞滴存在时,应小心收集,统一存放。汞应储存于厚壁带塞的瓷瓶或玻璃瓶中,每瓶不易放得太多,以免过重使瓶破碎,为减少汞的蒸发,在瓶中加入少量水或甘油。汞的操作最好在搪瓷盘中进行,以减少撒落机会。
- A.2 对溅落于工作台面或地面的汞,应尽可能的收集起来。颗粒直径大于 1 mm 的汞可用滴管吸取。把散落的汞全部收拾后,再撒上硫磺或漂白粉等物质粉末。

