



中华人民共和国国家标准

GB/T 17414.1—2010
代替 GB/T 17414.1—1998

铍矿石化学分析方法 第 1 部分：铍量测定 埃利罗菁 R 光度法

Method for chemical analysis of beryllium ores—
Part 1: Determination of beryllium content—
Eriochrome cyanine R photometric method

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 17414《铍矿石化学分析方法》共有两个部分：

- 第1部分：铍量测定 埃利罗菁 R 光度法；
- 第2部分：铍量测定 催化极谱法。



本部分为 GB/T 17414 的第1部分。

本部分代替 GB/T 17414.1—1998《铍矿石化学分析方法 埃利罗菁 R 光度法测定铍量》。

本部分与 GB/T 17414.1—1998 相比，主要变化如下：

- 修改了本部分的中英文名称；
- 对文本格式进行了修改；
- 计算公式中质量分数表示符号由 ω 代替了 $\omega(\%)$ ；
- 增加了警示、警告内容；
- 增加了试样条款；
- 增加了废弃物处理条款。

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：辽宁省地质实验研究所。

本部分主要起草人：陈海英、魏占文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17414.1—1998。

铍矿石化学分析方法

第1部分:铍量测定

埃利罗菁 R 光度法

警示:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 17414 的本部分规定了埃利罗菁 R 光度法测定铍矿石中铍量的方法。

本部分适用于铍矿石,也适用于锂、铷、铯矿石和钽、铌矿石中低含量铍量的测定。

测定范围:0.000 1%~1.0%(质量分数)铍量(以氧化铍计)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17414 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

3 原理

试料用氢氟酸-硫酸分解,不溶残渣以焦硫酸钾熔融,盐酸提取,用乙二胺四乙酸二钠、三乙醇胺掩蔽铝、铁。在 pH 值 5.7 的介质中,溴化十六烷基三甲铵(CTMAB),埃利罗菁 R 与铍形成蓝紫色络合物,于分光光度计上,波长 590 nm 处测量吸光度,计算铍量。加入酒石酸可加速显色,溶液颜色至少可稳定 20 h 以上。

4 试剂

本部分所用试剂除非另有说明,分析时均使用分析纯化学试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

- 4.1 焦硫酸钾。
- 4.2 酒石酸钾钠。
- 4.3 乙二胺四乙酸二钠。
- 4.4 三乙醇胺。
- 4.5 乙酸丁酯。**警告:**易燃,小心操作!
- 4.6 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。**警告:**有毒并有强腐蚀性,操作时应戴手套,防止皮肤接触!
- 4.7 硫酸(1+1)。**警告:**在不断搅拌下将浓硫酸缓慢加入水中,小心操作!
- 4.8 盐酸(1+1)。
- 4.9 盐酸(8+92)。
- 4.10 硝酸(1+1)。
- 4.11 乙二胺四乙酸二钠溶液(100 g/L)。
- 4.12 乙酰丙酮溶液(20+80)。

- 4.13 氢氧化钠溶液(80 g/L)。
- 4.14 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 4.15 混合掩蔽剂:称取 5.0 g 乙二胺四乙酸二钠(4.3),5.0 g 酒石酸钾钠(4.2)于烧杯中,加入 30 mL 三乙醇胺(4.4),加水 70 mL 搅拌溶解。
- 4.16 埃利罗菁 R 溶液(0.5 g/L)(现用现配)。
- 4.17 溴化十六烷基三甲铵(CTMAB)溶液[$c(\text{CTMAB})=0.01\text{ mol/L}$]:称取 3.640 g 溴化十六烷基三甲铵[$\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{NBr}$]精确到 1 mg,溶解在 100 mL 乙醇中,用水稀释至 1 000 mL。
- 4.18 六次甲基四胺溶液(200 g/L)。
- 4.19 氧化铍标准溶液配制:
- a) 氧化铍标准储备溶液(500.0 $\mu\text{g/mL}$):称取 3.541 g 硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)精确到 1 mg,置于烧杯中,加 30 mL 水,2 mL 硫酸(4.7),加热溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀;
- b) 氧化铍标准溶液(2.0 $\mu\text{g/mL}$):分取 2.00 mL 氧化铍标准储备溶液[4.19a)]于 500 mL 容量瓶中,加 50 mL 硫酸(4.7),用水稀释至刻度,混匀。
- 4.20 甲基红溶液(1 g/L);乙醇溶液。

5 仪器和装置

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 高温炉。
- 5.3 自动控温电热板:温度误差小于 $\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$,表面有聚四氟乙烯涂层保护。
- 5.4 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

6 试样

试样经加工后粒径应小于 74 μm ,于 105 $^\circ\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中保存。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 中铍量称取试料量,精确到 0.1 mg。

表 1 称取试料量

铍量/%	试料量/g
<0.005	1.0
>0.005~0.01	0.5
>0.01~0.05	0.2
>0.05~1	0.1

7.2 空白试验

随同试料做不少于两份空白试验,所用试剂应与试料分析取自同一试剂瓶。

7.3 验证试验

随同试料分析与被测样品性质相同或相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于铂坩埚中,加适量水润湿,加 1 mL 硫酸(4.7),5 mL 氢氟酸(4.6),置控温电热板上蒸发至近干,再加 5 mL 氢氟酸(4.6),继续蒸发至三氧化硫白烟冒尽。冷却后加入 2.0 g~3.0 g 焦硫酸钾(4.1),在 700 $^\circ\text{C}$ 高温炉上熔融 15 min,冷却。

7.4.2 向铂坩埚中加入 5 mL 盐酸(4.8),置电热板上加热提取。移入 100 mL 烧杯中,用水洗净坩埚,盖上表皿,煮沸 5 min,充分溶解熔融物,取下冷却。

7.4.3 将溶液移入 50 mL 或 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注: $w(\text{BeO}) < 0.1\%$; 50 mL 容量瓶; $w(\text{BeO}) > 0.1\%$; 100 mL 容量瓶。

7.4.4 分取 1.00 mL~10.00 mL 试液(7.4.3)于 50 mL 容量瓶中(特殊样品分取量参见附录 A),加 5 mL 混合掩蔽剂(4.15),加水至 20 mL 左右,加 1 滴甲基红溶液(4.20),滴加盐酸(4.8)至红色,用氢氧化钠溶液(4.13)调至刚呈黄色,加 2.0 mL 盐酸(4.9),5.0 mL 埃利罗菁 R 溶液(4.16),混匀。加入 2.0 mL 溴化十六烷基三甲铵(CTMAB)溶液(4.17),5.0 mL 六次甲基四胺溶液(4.18),用水稀至刻度,混匀。放置 90 min。

7.5 校准溶液系列配制

在一系列 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL 氧化铍标准溶液[4.19b)],加 5 mL 混合掩蔽剂(4.15),加水至 20 mL 左右,加 1 滴甲基红溶液(4.20),滴加盐酸(4.8)至红色,用氢氧化钠溶液(4.13)调至刚呈黄色,加 2.0 mL 盐酸(4.9),5.0 mL 埃利罗菁 R 溶液(4.16),混匀。加入 2.0 mL 溴化十六烷基三甲铵(CTMAB)溶液(4.17),5.0 mL 六次甲基四胺溶液(4.18),用水稀至刻度,混匀。放置 90 min。

7.6 测定

于分光光度计上,以试剂空白作参比,用 1 cm 比色杯,在波长 590 nm 处测量校准溶液系列、试料溶液和空白试验溶液(7.2)的吸光度。

注: 氟和铜对测定有影响,采用硫酸蒸发冒烟除氟,在三乙醇胺、酒石酸、乙二胺四乙酸二钠(EDTA)混合掩蔽剂存在下, >100 μg 铜可在 pH 值 4.5~5 的溶液中,用乙酰丙酮、乙酸丁酯萃取分离。

7.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列的氧化铍量为横坐标,校准溶液系列的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。查出试料溶液及空白试验溶液(7.2)相应的氧化铍量。

8 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{BeO})$ 计,数值以(%)表示,按式(1)计算氧化铍量。

$$w(\text{BeO}) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w(\text{BeO})$ ——试料中铍量的质量分数(以氧化铍计),单位为百分浓度(%);

m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的氧化铍量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得空白试验溶液(7.2)的氧化铍量,单位为微克(μg);

V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——称取试料量,单位为克(g);

V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。

分析结果表示至小数点后两位。

9 精密度

铍矿石中铍量测定结果的精密度见表 2。

表 2 铍量精密度

元素(组分)	水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
氧化铍	49.9~8 360	$r=0.296\ 7m^{0.77}$	$R=8.848+0.418m$
注: 本精密度数据是由 6 个实验室对 6 个水平的试样所做的试验中确定的。			

10 废弃物处理

本方法涉及的有毒有害废弃物,应集中收集保存;严格根据国家环保行政部门的有关法规和技术指标对各类废弃物负责集中处理。

附 录 A
(资料性附录)
标准的有关说明

A.1 含铜量 $>0.20\%$ 的样品,将试液移入125 mL分液漏斗中,加20 mL乙二胺四乙酸二钠溶液(4.11),10 mL乙酰丙酮溶液(4.12),3滴甲基红溶液(4.20),用氢氧化钠溶液(4.14)和盐酸(4.8)调节至溶液刚变黄,加20 mL乙酸丁酯(4.5),振荡2 min。弃去水相,继续用20 mL水洗有机相一次,加入20 mL盐酸(4.8),振荡2 min反萃取铍,将反萃取液放入100 mL烧杯中,低温蒸发至2 mL~3 mL,加10 mL水,加热提取,冷却。

注:蒸至小体积时可加2滴硝酸(4.10)破坏指示剂。

A.2 铍矿石中铍含量在 0.010% 以上,一般可不经萃取分离铜直接进行显色测定。反萃取后的盐酸溶液不能蒸干,否则结果偏低。



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铍矿石化学分析方法
第 1 部分：铍量测定
埃利罗菁 R 光度法
GB/T 17414.1—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 0.75 字数 10 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-41061

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



GB/T 17414.1—2010