



中华人民共和国国家标准

GB/T 17414.2—2010
代替 GB/T 17414.2—1998

铍矿石化学分析方法 第2部分：铍量测定 催化极谱法

Method for chemical analysis of beryllium ores—
Part 2: Determination of beryllium content—Catalytic polarographic 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2部分。

本部分代替 GB/T 17414.2—1998《铍矿石化学分析方法 催化极谱法测定铍量》。

本部分与 GB/T 17414.2—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：邵文军、杨威。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：GB/T 17414.2—1998。



铍矿石化学分析方法

第2部分:铍量测定 催化极谱法

警告: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 的本部分规定了用催化极谱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、铯和钽、铌矿石中低含量铍量的测定。

测定范围:0.000 1%~0.40%(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

试料经氢氧化钠-过氧化钠熔融分解,水提取,盐酸酸化,蒸干使二氧化硅脱水,稀盐酸溶解盐类,以氯化铵-氨水-乙二胺四乙酸二钠-铍试剂Ⅲ为底液,在示波极谱仪上,于峰电位-0.8 V 左右,进行导数极谱测定。波高与浓度呈线性关系,测定范围为 0.001 $\mu\text{g/mL}$ ~0.80 $\mu\text{g/mL}$ 铍量(以氧化铍计)。

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 氢氧化钠。

4.2 过氧化钠。

4.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.4 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!

4.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.6 盐酸(1+4)。

4.7 混合底液制备:

- 称取 120.0 g 乙二胺四乙酸二钠,80.0 g 氯化铵溶于水中,加入 166 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL;
- 铍试剂Ⅲ溶液(0.12 g/L),避光保存;
- 将 200 mL 混合溶液[4.7a)]和 100 mL 铍试剂Ⅲ溶液[4.7b)]混合,混匀,用时配制。

4.8 氧化铍标准溶液配制:

- 氧化铍标准储备溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):称取 0.1 g 氧化铍(光谱纯)精确到 0.1 mg,经 500 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧后,置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸(4.4),加热,待全部溶解后,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(1.0 $\mu\text{g/mL}$):分取 10.00 mL 氧化铍标准储备溶液[4.8a)],置于 1 000 mL 容量瓶中,滴加 1.0 mL 硫酸(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

5 仪器和设备

5.1 示波极谱仪(三电极系统)。警告:在通风良好处操作,避免汞蒸气可能引起的危险!

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

称取 0.1 g 试料,精确到 0.1 mg。

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)置于镍坩埚中,加入 1 g 氢氧化钠(4.1),在电热板上加热逐去水份后,加 1 g 过氧化钠(4.2),于 650 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中熔融至流体状,并保持 5 min,取出,冷却后,放入 150 mL 烧杯中,用水提取,煮沸 5 min,洗出坩埚,加入 15 mL 盐酸(4.5),于自动控温电热板上蒸发至干,继续加热脱水,取下冷却,加入 5 mL 或 10 mL 盐酸(4.6)溶解盐类,移入 50 mL 或 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

注:样品分解时间不宜过长,否则带来大量镍对测定有影响。

7.4.2 分取 1.00 mL~5.00 mL 清液(7.4.1)于 20 mL 烧杯中,不足 5 mL 者用空白溶液补足至 5 mL,加入 5 mL 混合底液(4.7),混匀,放置 30 min。

7.5 校准溶液系列配制

在一系列 25 mL 烧杯中,分别加入 0.00 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 和 6.00 mL 氧化铍标准溶液[4.8b)],低温蒸干,加入 5 mL 试料空白试验溶液(7.2),加 5 mL 混合底液(4.7),混匀,放置 30 min。

7.6 测定

在示波极谱仪上,于起始电位 -0.65 V 左右,进行导数极谱测量校准溶液系列、试料溶液和空白试验溶液(7.2)的峰电流。

注 1: 0.5 mol/L 氯化氨-0.8 mol/L 氨水-40 g/L 乙二胺四乙酸二钠底液中,铍试剂Ⅲ本身在 -0.6 V 左右有一清晰的极谱波,其峰电流随铍含量的增加而降低,不影响铍-铍试剂Ⅲ络合物吸附波和浓度的定量关系。

注 2: 当铁、钛、铋含量分别是铍量的 3 000 倍、300 倍、500 倍时才引起负干扰。

注 3: 室温低时,在加入混合底液混匀后,放置时间需延长,最好置于 25 $^{\circ}\text{C}$ ~30 $^{\circ}\text{C}$ 恒温槽内保温 30 min。

7.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列氧化铍量为横坐标,校准溶液系列的峰电流为纵坐标,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 1。

表 1 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	46.7~3 820	$r=0.150\ 4m^{0.93}$	$R=-0.527\ 0+0.232m$
注:本精密度数据是由 5 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。



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铍矿石化学分析方法
第 2 部分：铍量测定 催化极谱法
GB/T 17414.2—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 7 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

*

书号：155066·1-41062

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 17414.2—2010

