



中华人民共和国国家标准

GB/T 17416.1—2010
代替 GB/T 17416.1—1998

锆矿石化学分析方法 第 1 部分：锆铪含量测定

Method for chemical analysis of zirconium ores—
Part 1: Determination of zirconium-hafnium oxide 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

前 言

GB/T 17416《锆矿石化学分析方法》共有两个部分：

——第1部分：锆铪含量测定；

——第2部分：锆量和铪量测定。

本部分为 GB/T 17416《锆矿石化学分析方法》第1部分。

本部分代替 GB/T 17416.1—1998《锆矿石化学分析方法 二甲酚橙光度法测定锆(铪)量》。

本部分与 GB/T 17416.1—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。

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 17416.1—1998。



锆矿石化学分析方法

第 1 部分：锆钪含量测定

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 17416 的本部分规定了二甲酚橙光度法测定锆矿石中锆钪含量的方法。

本部分适用于锆矿石，也适用于其他稀有金属矿石中锆钪含量的测定。

测定范围：0.010%~2.0%（质量分数）锆钪含量[以二氧化锆钪含量计]。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17416 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

3 原理

试料经过氧化钠碱熔分解，三乙醇胺提取，在 0.6 mol/L 盐酸介质中，锆、钪与二甲酚橙生成红色络合物，加入阳离子表面活性剂溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB)后，于分光光度计上，波长 560 nm 处测量吸光度，计算锆钪含量。

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 过氧化钠。

4.2 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！

4.3 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！

4.4 盐酸(1+2)。

4.5 盐酸(1+5)。

4.6 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

4.7 三乙醇胺溶液(5+95)。

4.8 三乙醇胺氢氧化钠溶液：

在盛有 1 L 三乙醇胺溶液(4.7)的烧杯中，加入 40 g 固体氢氧化钠，溶解后，混匀。

4.9 氯化镁溶液(80 g/L)。

4.10 氯化铜溶液(20 g/L)。

4.11 硫脲溶液(100 g/L)。

4.12 二甲酚橙溶液(1 g/L)：称取 0.1 g 二甲酚橙($C_{31}H_{28}O_{13}N_2SNa_4$)溶于 100 mL 盐酸(1+9)溶液中，放置数日后使用。



4.13 溴化十六烷基三甲基胺溶液(2 g/L):称取 2.0 g 溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB) $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{NBr}]$,溶解在 100 mL 乙醇中,用水稀释至 1 000 mL。

4.14 二氧化锆标准溶液配制:

- a) 二氧化锆标准储备溶液(100.0 $\mu\text{g/mL}$):称取 0.1 g 二氧化锆(光谱纯)精确到 0.1 mg,置于铂坩埚中,加入 10 滴硫酸(4.3)及 5 mL~7 mL 氢氟酸(4.2),在电热板上加热溶解并蒸发至冒浓白烟时取下,冷却后,沿坩埚壁用少量水淋洗一次,继续加热蒸发至冒白烟,重复处理一次。冷却后,用盐酸(4.5)提取,将溶液煮沸,冷却后用盐酸(4.5)移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀;
- b) 二氧化锆标准溶液(10.0 $\mu\text{g/mL}$):分取 20.00 mL 二氧化锆标准储备溶液(4.14a)置于 200 mL 容量瓶中,用盐酸(4.5)稀释至刻度,混匀。

5 仪器和设备

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 高温炉。
- 5.3 电热板。
- 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 中锆铅含量称取试料量,精确到 0.1 mg。

表 1 称取试料量

锆铅含量/%	试料量/g
0.01~0.3	0.2
0.3~2.0	0.1

7.2 空白试验

随同试料进行不少于 2 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)置于高铝或石墨坩埚中,加 3 g~4 g 过氧化钠(4.1),搅匀后,在上面再覆盖 1 g,盖上坩埚盖,置于 700 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中熔融 20 min,中间摇动 1 次~2 次。

注:锆矿石属于难熔矿石,因此熔矿时注意试料分解完全。

7.4.2 取出坩埚,冷却后,置于 250 mL 烧杯中。熔融物用 100 mL 热三乙醇胺(4.7)或三乙醇胺氢氧化钠溶液(4.8)提取,待作用停止后,洗出坩埚及坩埚盖,视沉淀多少加入 1 mL~2 mL 氯化镁溶液(4.9),加入适量纸浆,煮沸 15 min 以驱除过氧化氢。

注:用三乙醇胺(4.7)浸取熔融物时,注意所得溶液的碱度,尤其是含硅高的试样或取样量较多时,可用三乙醇胺氢氧化钠溶液(4.8)提取,这样可使绝大部分二氧化硅以硅酸形式留在溶液中与沉淀分离,以免在显色时加入溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB)后出现浑浊现象。

7.4.3 冷却后,用快速滤纸过滤,用热氢氧化钠溶液(4.6)洗涤烧杯和沉淀 8 次~10 次,用水洗 1 次,用刻度移液管吸取 38 mL 热盐酸(4.4)于原烧杯中溶解沉淀,置于电热板上加热煮沸,再经原滤纸将溶

液过滤于 100 mL 容量瓶中,用热水洗净烧杯和滤纸,冷却后,用水稀释至刻度,混匀备用。

注:如试料中 ZrO_2 含量较低,可取 19 mL 热盐酸(4.4)溶解沉淀后过滤入 50 mL 容量瓶中。

7.4.4 分取 10 mL 试液(7.4.3)置于 25 mL 容量瓶中,加入 2 滴氯化铜溶液(4.10)和 2 mL 硫脲溶液(4.11),混匀,放置片刻,加入 1.5 mL 二甲酚橙溶液(4.12),2 mL 溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB)溶液(4.13),用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

注:如分取 5 mL 试液,可补加 3.75 mL 盐酸(4.5)。

7.5 校准溶液系列配制

在一组 25 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 和 7.00 mL 的二氧化锆标准溶液(4.14 b),补加盐酸(4.5)至 7.5 mL,加入 2 滴氯化铜溶液(4.10)和 2 mL 硫脲溶液(4.11),混匀,放置片刻,加入 1.5 mL 二甲酚橙溶液(4.12),2 mL 溴化十六烷基三甲基胺(CTMAB)溶液(4.13),用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

7.6 测定

于分光光度计上,以试剂空白作参比,用 1 cm 比色皿,在波长 560 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:铁(Ⅲ)严重干扰测定,试料经碱熔,三乙醇胺提取后,残余的铁在铜盐存在下,用硫脲还原可得到满意的结果。

7.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列的二氧化锆量为横坐标,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)相应的二氧化锆量。

8 结果计算

计算结果以质量分数 $w[(\text{Zr}, \text{Hf})\text{O}_2]$ 计,数值以(%)表示,按式(1)计算二氧化锆铅含量。

$$w[(\text{Zr}, \text{Hf})\text{O}_2] = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w[(\text{Zr}, \text{Hf})\text{O}_2]$ ——试料中锆铅含量的质量分数[以锆铅氧化物计],单位为百分浓度(%);
- m_1 ——从校准曲线上查得分取试料溶液锆铅氧化物含量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得分取试料空白试验溶液(7.2)锆铅氧化物含量,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

锆矿石中锆铅含量测定结果的精密度见表 2。

表 2 锆铅含量精密度

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 $R/(\mu\text{g/g})$
二氧化锆铅含量	534~11 800	$r = -9.232 + 0.099m$	$R = -19.52 + 0.197m$
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。			

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锆矿石化学分析方法
第 1 部分：锆钪含量测定
GB/T 17416.1—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
SZIC 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：155066·1-41065

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 17416.1—2010