



中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.13—2012
代替 GB/T 8151.13—2000

锌精矿化学分析方法 第 13 部分：锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和 苯芴酮分光光度法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—
Part 13: Determination of germanium content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry and the
phenyl fluorone spectrophotometric method

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 8151《锌精矿化学分析方法》分为 20 个部分：

- 第 1 部分：锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法和萃取分离 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法；
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 12 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和苯芴酮分光光度法；
- 第 14 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：锌量的测定 氢氧化物沉淀- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 18 部分：锌量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 19 部分：金和银量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：铜、铅、铁、砷、镉、锑、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 8151 的第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 8151.13—2000《锌精矿化学分析方法 锗量的测定》。与 GB/T 8151.13—2000 相比，主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度和试验报告。

本部分方法 1 为氢化物发生-原子荧光光谱法；方法 2 为萃取分离苯芴酮分光光度法。以方法 1 作为仲裁方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 1 起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、河南豫光金铅股份有限公司。

本部分方法 2 起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 1 参加起草单位：北京矿冶研究总院、株洲冶炼集团股份有限公司、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本部分方法 2 参加起草单位：北京矿冶研究总院、巴彦淖尔紫金有色金属有限公司、昆明冶金研究院、陕西东岭冶炼有限公司。

本部分方法 1 主要起草人：王洪刚、李杰、赵红艳、孔建敏、张应喜、王皓莹、袁玉霞、龙诗明、袁艺平、

GB/T 8151.13—2012

李岩、董秀文。

本部分方法 2 主要起草人：李遵义、陈雪、王向红、王皓莹、马丽、朝鲁、王东、刘维理、张灏宇、车红芳、徐雅维。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8151.13—1987、GB/T 8151.13—2000。

锌精矿化学分析方法

第 13 部分: 锆量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法和 苯芴酮分光光度法

1 范围

GB/T 8151 的本部分规定了锌精矿中锆量的测定方法。

本部分适用于锌精矿中锆量的测定。方法 1 测定范围: 0.000 50%~0.10%; 方法 2 测定范围: 0.000 50%~0.10%。

2 方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法

2.1 方法提要

试料用氢氟酸、硝酸溶解。于磷酸-硫酸介质中, 在氢化物发生器中, 锆被硼氢化钾还原生成氢化物, 用氩气导入石英炉原子化器中, 于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度。

2.2 试剂

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.2.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

2.2.3 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。

2.2.4 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

2.2.5 过氧化氢。

2.2.6 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

2.2.7 硫酸(1+1)。

2.2.8 磷酸(1+1)。

2.2.9 混合酸溶液: 于 500 mL 烧杯中加入 100 mL 水, 然后加入 50 mL 硫酸(2.2.2), 再加入 200 mL 磷酸(2.2.8), 冷却后, 用水稀释至 500 mL。

2.2.10 氢氧化钾溶液(5 g/L)。

2.2.11 硼氢化钾溶液(40 g/L): 称取 20.0 g 硼氢化钾溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(2.2.10)中, 当天配制。

2.2.12 锆标准贮存溶液: 准确称取 0.100 0 g 金属锆($w_{\text{Ge}} \geq 99.9\%$)于 150 mL 烧杯中, 加入 15 mL 过氧化氢(2.2.5), 2 mL 氨水(2.2.6)及少量水, 沸水浴加热溶解, 取下冷至室温后, 用水洗入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锆。

2.2.13 锆标准溶液: 移取 5.00 mL 锆标准贮存溶液(2.2.12)于 500 mL 容量瓶中, 加入 25 mL 磷酸(2.2.8), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 锆。

2.3 仪器

原子荧光光谱仪, 附锆高强度空心阴极灯。