



中华人民共和国国家标准

GB/T 7739.14—2019

金精矿化学分析方法 第 14 部分：铊量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of gold concentrates—
Part 14: Determination of thallium content—Inductively coupled
plasma atomic emission spectrometry and inductively coupled
plasma mass spectrometry

2019-08-30 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 方法 1:电感耦合等离子体原子发射光谱法	1
2.1 方法提要	1
2.2 试剂或材料	1
2.3 仪器设备	2
2.4 样品	2
2.5 试验步骤	2
2.6 试验数据处理	3
2.7 精密度	3
3 方法 2:电感耦合等离子体质谱法	3
3.1 方法提要	3
3.2 试剂或材料	4
3.3 仪器设备	4
3.4 样品	5
3.5 试验步骤	5
3.6 试验数据处理	6
3.7 精密度	6
附录 A (资料性附录) 电感耦合等离子体原子发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪测定铈的仪器 工作条件参数	7

前 言

GB/T 7739《金精矿化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：金量和银量的测定；
- 第 2 部分：银量的测定；
- 第 3 部分：砷量的测定；
- 第 4 部分：铜量的测定；
- 第 5 部分：铅量的测定；
- 第 6 部分：锌量的测定；
- 第 7 部分：铁量的测定；
- 第 8 部分：硫量的测定；
- 第 9 部分：碳量的测定；
- 第 10 部分：铈量的测定；
- 第 11 部分：砷量和铋量的测定；
- 第 12 部分：砷、汞、镉、铅、铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 13 部分：铅、锌、铋、铬、镉、砷和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 7739 的第 14 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)提出并归口。

本部分起草单位：福建紫金矿冶测试技术有限公司、长春黄金研究院有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、江西金源有色地质测试有限公司、防城港出入境检验检疫局、北矿检测技术有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院、山东国大黄金股份有限公司、山东黄金冶炼有限公司、华津国检(深圳)金银珠宝检验中心有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、云南黄金矿业集团股份有限公司、中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所。

本部分主要起草人：夏珍珠、罗荣根、杨志丰、谢文亮、俞金生、龙秀甲、陈祝海、林英玲、陈永红、芦新根、高振广、苏广东、何梅、曹钧、戴绪丁、罗明贵、何昭森、苏春风、刘润婷、邱丽、陈祝炳、孔令强、邵国强、陈光辉、周发军、张伟桃、林钊旋、张艳峰、栾海光、吕文先、陈晓科、高小飞、倪文山、姚明星。

金精矿化学分析方法

第 14 部分:铊量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法和 电感耦合等离子体质谱法

警示——铊为有毒物质,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 7739 的本部分规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定金精矿中铊量的方法。

本部分适用于金精矿中铊量的测定,测定范围:方法 1 为 20.0 $\mu\text{g/g}$ ~250.0 $\mu\text{g/g}$;方法 2 为 0.5 $\mu\text{g/g}$ ~50.0 $\mu\text{g/g}$ 。

2 方法 1:电感耦合等离子体原子发射光谱法

2.1 方法提要

试料经盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸分解,在混酸介质中,在过氧化氢和铁盐存在下,用聚氨酯泡沫富集,使铊与杂质元素分离,在沸水浴中用稀硝酸溶液解脱铊,于电感耦合等离子体原子发射光谱仪选定的条件下,在波长 190.801 nm 处测定试液中铊元素的光谱强度,按标准曲线法计算铊量。

2.2 试剂或材料

除非另有说明,在分析中均使用分析纯的试剂和二次去离子水。

2.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

2.2.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.3 氢氟酸($\rho=1.13$ g/mL)。

2.2.4 高氯酸($\rho=1.68$ g/mL)。

2.2.5 过氧化氢(30%)。

2.2.6 盐酸溶液(1+9):1 份盐酸(2.2.1)与 9 份水混匀,现配现用。

2.2.7 稀硝酸溶液(1+99):1 份硝酸(2.2.2)与 99 份水混匀,现配现用。

2.2.8 混酸(1+1):3 份盐酸(2.2.1)、1 份硝酸(2.2.2)与 4 份水混匀,现配现用。

2.2.9 三氯化铁溶液(50 g/L):称取 242.5 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 于 500 mL 烧杯中,加入水溶解,加入 30 mL 混酸(2.2.8),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.10 铊标准贮存溶液:称取 0.111 7 g 预先在 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 烘 1 h 并于干燥器中冷至室温的三氧化铊基准试剂,置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(2.2.1)溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 硝酸(2.2.2)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μg 铊。

2.2.11 铊标准溶液 A:移取 5.00 mL 铊标准贮存溶液(2.2.10)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 硝酸(2.2.2)用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 铊。

2.2.12 铊标准溶液 B:移取 10.00 mL 铊标准溶液 A(2.2.11)于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 硝酸