



中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.21—2017

锌精矿化学分析方法 第21部分： 铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法 和电感耦合等离子体-原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—Part 21: Determination of thallium content—Inductively coupled plasma mass spectrometry and inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

2017-10-14 发布

2018-05-01 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 8152《锌精矿化学分析方法》共有 21 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：铋量的测定 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：镓量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 19 部分：金和银含量的测定 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、铋、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 21 部分：铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体-原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 8151 的第 21 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、西北有色金属研究院、南通出入境检验检疫局、鲅鱼圈出入境检验检疫局、昆明冶金研究院、云南祥云飞龙再生科技股份有限公司、防城港出入境检验检疫局、宁波出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：师世龙、袁齐、张小军、刘莹晶、罗丝、向德磊、李艳群、姜晴、苏春风、刘润婷、周存款、邱丽、袁永海、黄智、夏珍珠、龙秀甲、吴银来、陈祝海、周恺、马晓敏、王超颖、李国伟、侯晋、窦怀智、李昌丽、周蕾、蒋晓光、王艳君、刘维理、李超、杨绍兵、谢毓群、陈智鹏、叶秀秀、曹国洲。

锌精矿化学分析方法 第 21 部分： 铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法 和电感耦合等离子体-原子发射光谱法

1 范围

GB/T 8151 的本部分规定了锌精矿中铊量的测定方法。

本部分适用于锌精矿中铊量的测定。方法 1 测定范围：0.000 050%~0.010%；方法 2 测定范围：0.005 0%~0.05%。本部分测定范围重叠区间的仲裁方法为方法 1。

2 方法 1 电感耦合等离子体质谱法

2.1 方法提要

试料经盐酸、硝酸、硫酸分解，以¹⁹³Ir 为内标，于电感耦合等离子体质谱仪上测定，用标准曲线法计算试料中的铊量。

2.2 试剂

在分析中仅使用确认为优级纯的试剂，所用水为一级水。

2.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

2.2.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

2.2.4 硝酸(1+1)。

2.2.5 硝酸-硫酸混合酸(1+1)：向 500 mL 硝酸(2.2.2)中边搅拌边加入 500 mL 硫酸(2.2.3)，冷却后使用。

2.2.6 铊标准贮存溶液：称取 0.279 5 g 三氧化二铊($w_{Tl_2O_3} \geq 99.99\%$)置于 200 mL 烧杯中，盖上表面皿，缓慢加入 25 mL 硝酸(2.2.4)低温溶解，驱出氮的氧化物，取下冷却至室温，用水洗涤表面皿及杯壁，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铊。

2.2.7 铊标准溶液 A：将铊标准贮存溶液(2.2.6)稀释至铊浓度为 100 ng/mL，以硝酸(2+98)为介质。

2.2.8 铊标准溶液 B：将铊标准溶液 A 稀释至铊浓度为 10 ng/mL，以硝酸(2+98)为介质。

2.2.9 内标溶液：10 ng/mL¹⁹³Ir 溶液，以硝酸(2+98)为介质。

2.2.10 氩气： $w_{Ar} \geq 99.996\%$ 。

2.3 仪器

电感耦合等离子体质谱仪：分辨率 0.1 amu~1 amu；²⁰⁵Tl 同位素的响应值 $>10^5$ 。

2.4 试样

2.4.1 试样应通过 0.074 mm 孔筛。

2.4.2 试样应在 105 °C \pm 5 °C 烘箱中烘 1 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。