



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.15—93

钨矿石、钼矿石化学分析方法 蒸馏分离-苯芴酮-十六烷基三甲基 溴化铵光度法测定锗量

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—Determination of germanium content—Distillation separation-phenyl fluorone cetyltrimethyl-ammonium bromide photometric method

1993-05-12 发布

1994-02-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钨矿石、钼矿石化学分析方法 蒸馏分离-苯芴酮-十六烷基三甲基 溴化铵光度法测定锗量

GB/T 14352.15—93

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—Determination of germanium content—Distillation separation-phenyl fluorone cetyltrimethyl-ammonium bromide photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钨矿石、钼矿石中锗含量的测定方法。

本标准适用于钨矿石、钼矿石中锗含量的测定,测定范围 1~200 $\mu\text{g/g}$ 。

2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

3 方法提要

试样经硝酸-氢氟酸-硫酸分解除硅,冒硫酸烟赶尽氟,再经过氧化钠碱熔,在盐酸介质中蒸馏 GeCl_4 ,与其他干扰元素分离,在稀盐酸介质中,有亚硫酸钠存在下,锗与苯芴酮-十六烷基三甲基溴化铵形成稳定的橙红色三元络合物,于分光光度计上,波长 508 nm 处,测量吸光度。

4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 无水亚硫酸钠。

4.3 硝酸 $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ 。

4.4 氢氟酸 $\rho=1.15 \text{ g/mL}$ 。

4.5 磷酸 $\rho=1.7 \text{ g/mL}$ 。

4.6 盐酸 $\rho=1.18 \text{ g/mL}$ 。

4.7 硫酸(1+1 V+V)。

4.8 氢氧化钠 $c(\text{NaOH})=1.0 \text{ mol/L}$ 。

4.9 氢氧化钠 $c(\text{NaOH})=10.0 \text{ mol/L}$ 。

4.10 亚硫酸钠溶液(20% m/V)。

4.11 十六烷基三甲基溴化铵(简称 CTAB)(1% m/V):称取 1 g 十六烷基三甲基溴化铵溶于 100 mL 沸水中,搅拌使其溶解至清亮,冷却后使用。

4.12 苯芴酮乙醇溶液(0.06% m/V):称取 60 mg 苯芴酮溶于含有 2 mL 盐酸(4.6)的 100 mL 无水乙醇中,搅拌至全部溶解。

4.13 锗标准贮存溶液:称取 0.144 1 g GeO_2 (99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 沸水,不断搅

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施