



中华人民共和国国家标准

GB/T 17036—1997

铀矿地质样品中锗的测定 水杨基萤光酮分光光度法

Determination of germanium in uranium
geological samples—Salicyl fluorone spectrophotometry



C9904060

1997-10-14 发布

1998-04-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

锗(Germanium, Ge)是化学勘查铀矿的指示元素之一,也是某些类型铀矿床中重要的共(伴)生元素,有的铀矿床中锗的经济价值远远超过铀的价值。同时,锗也是半导体材料,在国防工业和现代高科技材料中占有重要地位。鉴于锗在铀矿地质和国防工业中的重要作用及其自身的经济价值,对其测定方法标准化具有非常重要的意义。

据调研尚未发现国际同类的标准可采用,特此制定本标准。

本标准规定了用水杨基荧光酮显色分光光度法测定铀矿地质样品中的锗。方法测定范围宽,选择性好,灵敏度高,简便快速,便于推广使用。

本标准由中国核工业总公司提出。

本标准由核工业标准化研究所归口。

本标准起草单位:核工业北京地质研究院。

本标准主要起草人:尹金双、李亚男。



中华人民共和国国家标准

铀矿地质样品中锆的测定 水杨基萤光酮分光光度法

GB/T 17036—1997

Determination of germanium in uranium
geological samples—Salicyl fluorone spectrophotometry

1 范围

本标准规定了铀矿地质样品中锆的测定方法。

本标准适用于铀矿地质样品中锆的测定,也适用于其他地质物料中锆的测定。测定范围:0.5~2 500 $\mu\text{g/g}$ 。

2 方法提要

试样经硫酸、硝酸和氢氟酸混酸分解后,不经分离,在硫酸、磷酸混合酸介质中,在聚乙二醇辛基苯基醚胶束活化下,锆与水杨基萤光酮形成橙红色三元络合物。其最大吸收峰位于 502 nm,用分光光度法测定。

3 试剂

除特殊说明外,试剂均为分析纯,实验用水为去离子水。

3.1 硝酸($\rho=1.39\text{ g/cm}^3$)。

3.2 氢氟酸($\rho=1.14\text{ g/cm}^3$)。

3.3 硫酸($\rho=1.84\text{ g/cm}^3$)。

3.4 硫酸溶液(1+1)。

3.5 磷酸($\rho=1.69\text{ g/cm}^3$)。

3.6 高锰酸钾溶液(20 g/L)。

3.7 盐酸羟胺溶液(50 g/L)。

3.8 无水乙醇。

3.9 水杨基萤光酮(SAF)。

3.10 聚乙二醇辛基苯基醚(OP)。

3.11 SAF-OP 混合显色液:称取 SAF (3.9) 0.033 6 g 置于 50 mL 烧杯中,加 1 mL 硫酸溶液(3.4),5 mL 乙醇(3.8),搅拌使其溶解。加 1.5 mL OP(3.10),转入 100 mL 容量瓶中,再用 5 mL 乙醇(3.8)分数次洗烧杯合并于容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.12 锆标准溶液和锆标准比色溶液

3.12.1 锆标准溶液:准确称取 0.014 4 g 已在 105~110℃ 烘 1 h 的光谱纯二氧化锆(GeO_2)置于 50 mL 烧杯中,加 0.5 g 氢氧化钠、20 mL 水,加热使其溶解。冷却后加 2 mL 硫酸溶液(3.4),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。锆的质量浓度为 100 mg/L。

3.12.2 锆的标准比色溶液:准确移取 1.0 mL 锆的标准溶液(3.12.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀

至刻度,摇匀。锆的质量浓度为 1 mg/L。

4 仪器设备

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 工作曲线绘制

准确称取 0.0,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0,8.0,10.0 mL 锆的标准比色溶液(3.12.2)置于 25 mL 容量瓶中,加 2 mL 硫酸溶液(3.4),4 mL 磷酸(3.5),1 mL 盐酸羟胺溶液(3.7),摇匀,准确加入 2 mL SAF-OP 混合显色溶液(3.11),用水稀至刻度,摇匀。放置 20 min,在分光光度计上,于 502 nm 波长处,用 1 cm 或 3 cm 吸收池,以试剂空白为参比,测定吸光度。以锆浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5.2 试样

粒度小于 75 nm,在 105~110℃下,烘 2 h。

5.3 试样分解

5.3.1 称取 0.1~1 g(准确至 0.000 1 g)试样(5.2)置于 30 mL 聚四氟乙烯杯中,加 5 mL 硫酸溶液(3.4),5 mL 硝酸(3.1),5 mL 氢氟酸(3.2),加热至刚冒硫酸白烟。冷却后,加 10 mL 水温热使盐类溶解。滴加高锰酸钾溶液(3.6)至试样溶液中红色保持 3 min 不褪。滴加盐酸羟胺溶液(3.7)使红色褪去。转入 25 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀,放置澄清。

5.3.2 含有机物较多的试样,应该称样于瓷坩埚中,加入 1.0 g 经研细的硝酸镁[Mg(NO₃)₂]粉末,搅匀。置于马福炉中,半开炉门,使炉温由室温逐渐升温至 700℃保持 1 h。取出冷却,转入聚四氟乙烯杯中。其余步骤同 5.3.1。

5.4 试样溶液的测定

准确移取 5.3.1 制得的试样清液 1.0~10.0 mL 置于 25 mL 容量瓶中,补加硫酸溶液(3.4)使 25 mL 容量瓶中硫酸溶液(3.4)体积为 2 mL,其余步骤同 5.1。

5.5 空白试验

在每一批试样测定时,都应按上述同样步骤(5.3~5.4),不加试样做空白测定。

6 分析结果的计算

按式(1)计算锆的含量:

$$W = \frac{(m_1 - m_0)V}{mV_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中: W——样品中锆含量,μg/g;
m₁——从工作曲线上查得的锆量,μg;
m₀——从工作曲线上查得的空白试验锆量,μg;
V₁——分取的试液体积,mL;
V——试液总体积,mL;
m——试样质量,g。

7 精密度

方法的精密度测定结果见表 1。

表 1 方法精密度

项 目 水 平	平 均 值 $\mu\text{g/g}$	重 复 性 r	再 现 性 R
1	3.11	0.46	0.47
2	30.31	1.84	2.15
3	500.77	8.55	9.31

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铀矿地质样品中锆的测定
水杨基萤光酮分光光度法

GB/T 17036—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字

1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷

印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-14719 定价 6.00 元

*

标 目 335—29