

GB

中国

国家

标准

汇编

中国国家标准汇编

186

GB 14353~14396

中国标准出版社

1994

出版说明

《中国国家标准汇编》是一部大型综合性工具书,自 1983 年起,以精装本、平装本两种装帧形式,分若干分册陆续出版。本汇编在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构及工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

本汇编收入公开发行的全部现行国家标准,按国家标准号顺序编排。凡遇到顺序号短缺,除特殊注明外,均为作废标准号或空号。

本分册为 186 分册,收入了国家标准 GB 14353~14396 的最新版本。由于标准不断修订,读者在使用和保存本汇编时,请注意及时更换修订过的标准。

中国标准出版社除出版《中国国家标准汇编》外,还出版国家标准、行业标准的单行本及各种专业标准汇编,以满足不同读者的需要。

中国标准出版社

1994 年 10 月

目 录

GB/T 14353.1—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	铜的测定	(1)
GB/T 14353.2—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	铅的测定	(9)
GB/T 14353.3—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	锌的测定	(18)
GB/T 14353.4—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	镉的测定	(28)
GB/T 14353.5—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	镍的测定	(33)
GB/T 14353.6—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	钴的测定	(39)
GB/T 14353.7—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定砷量	(47)
GB/T 14353.8—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	氢化物无色散原子荧光光度法测定铋量	(51)
GB/T 14353.9—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	钼的测定	(55)
GB/T 14353.10—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	硫酸-苯羟乙酸-辛可宁-氯酸钾底液 催化极谱法测定钨量	(61)
GB/T 14353.11—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	火焰原子吸收分光光度法测定银量	(65)
GB/T 14353.12—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	硫的测定	(69)
GB/T 14353.13—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	乙酸丁酯萃取分离 罗丹明B光度法测定镓量	(75)
GB/T 14353.14—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	四氯化碳萃取分离 溴化十六烷基三甲胺-苯芴酮光度法测定锗量	(81)
GB/T 14353.15—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	3,3'-二氨基联苯胺光度法测定硒量	(85)
GB/T 14353.16—93	铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法	单体分离-石墨炉原子吸收分光光度法测定碲量	(89)
GB/T 14354—93	玻璃纤维增强不饱和聚酯树脂食品容器		(93)
GB/T 14355—93	开敞式救生艇技术条件		(97)
GB/T 14356—93	船用舷窗定位		(106)
GB/T 14357—93	船用普通矩形窗定位		(116)
GB/T 14358—93	舰船饮用水净化器		(126)
GB/T 14359—93	船用应急活塞式空气压缩机		(130)
GB/T 14360—93	固定弧形踏步铝质舷梯		(138)
GB/T 14361.1—93	船用纤维素滑车 木壳滑车		(150)
GB/T 14361.2—93	船用纤维素滑车 铁壳滑车		(160)
GB/T 14362—93	铝质舷梯翻梯装置		(170)
GB/T 14363—93	柴油机机油消耗测定方法		(175)
GB/T 14364—93	船舶轴系滑动式中间轴承		(186)
GB/T 14365—93	声学 机动车辆定置噪声测量方法		(192)

GB/T 14366—93	声学 职业噪声测量与噪声引起的听力损伤评价	(197)
GB/T 14367—93	声学 噪声源声功率级的测定 使用基础标准与制订噪声测试规范的准 则	(217)
GB/T 14368—93	声学 标准超声功率源	(228)
GB/T 14369—93	声学 水声材料样品插入损失和回声降低的测量方法	(231)
GB/T 14370—93	预应力筋用锚具、夹具和连接器	(238)
GB 14371—93	危险货物运输爆炸品分级程序	(247)
GB 14372—93	危险货物运输爆炸品分级试验方法和判据	(257)
GB/T 14373—93	四线音频话路上的 46 路时分复用设备技术条件	(283)
GB 14374—93	航天推进剂水污染物排放标准	(296)
GB/T 14375—93	水质 一甲基肼的测定 对二甲氨基苯甲醛分光光度法	(299)
GB/T 14376—93	水质 偏二甲基肼的测定 氨基亚铁氰化钠分光光度法	(302)
GB/T 14377—93	水质 三乙胺的测定 溴酚蓝分光光度法	(307)
GB/T 14378—93	水质 二乙烯三胺的测定 水杨醛分光光度法	(310)
GB/T 14379—93	罗兰 C 系统通用技术条件	(316)
GB/T 14380—93	子午仪卫星导航仪通用技术条件	(333)
GB/T 14381—93	程控数字用户自动电话交换机通用技术条件	(345)
GB/T 14382—93	管道用三通过滤器	(409)
GB/T 14383—93	锻钢制承插焊管件	(418)
GB/T 14384—93	木工机床 通用技术条件	(430)
GB/T 14385—93	单面木工压刨床 精度	(438)
GB/T 14386—93	木工平压两用刨床 精度	(441)
GB/T 14387—93	纵剖木工圆锯机 精度	(445)
GB/T 14388—93	木工硬质合金圆锯片	(450)
GB/T 14389—93	工程陶瓷冲击韧性试验方法	(457)
GB/T 14390—93	工程陶瓷高温弯曲强度试验方法	(461)
GB 14391—93	卫星应急无线电示位标性能要求	(466)
GB/T 14392—93	贸易单证样式	(475)
GB/T 14393—93	贸易单证中代码的位置	(478)
GB/T 14394—93	计算机软件可靠性和可维护性管理	(481)
GB/T 14395—93	城市地理要素——城市道路、道路交叉口、街坊、市政工程管线编码结构 规则	(488)
GB/T 14396—93	疾病分类与代码	(492)

中华人民共和国国家标准

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 铜的测定

GB/T 14353.1—93

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of copper

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中铜含量的测定方法。

本标准适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中铜含量的测定。第一篇测定范围:0.01%~10%;第二篇测定范围:0.02%~10%;第三篇测定范围:0.001%~5%;第四篇测定范围:0.002%~5%。

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

第一篇 乙二胺底液极谱法

3 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解。在乙二胺-亚硫酸钠-明胶的底液中,铜与乙二胺形成稳定的多元环结构络合物,用极谱法测定,铜为直接双电子还原波,波形清晰,峰电位为-0.46 V(对饱和甘汞电极而言)。在分析测试液中含铅量大于5 mg时,本标准不适用。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.3 盐酸(1+1 V+V)。

4.4 氯化铁溶液(5% m/V):称取5 g氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),用盐酸(2% V/V)溶解并定容至100 mL,摇匀。此溶液1 mL约含10 mg铁。

4.5 乙二胺(60% V/V)。

4.6 亚硫酸钠溶液(20% m/V)。

4.7 明胶溶液(0.5% m/V)(用沸水溶解)。

4.8 铜标准溶液:称取0.5000 g金属铜(99.99%),置入250 mL烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入10 mL硝酸(1+1 V+V),低温溶解后,加入10 mL硫酸(1+1 V+V),蒸至冒浓厚白烟取下冷却,加水溶解铜盐,用水洗去表皿,冷却后移入500 mL量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含1.0 mg铜。

4.9 铜标准溶液:移取25.00 mL铜标准溶液(4.8),置于250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含0.1 mg铜。

国家技术监督局1993-05-12批准

1994-02-01实施

5 仪器

5.1 示波极谱仪。使用 JP-1、JP-2 型示波极谱仪,采用 3 电极系统。

5.2 笔录式极谱仪。

5.3 参比电极:饱和甘汞电极。

6 分析步骤

6.1 试料 试样粒度应小于 0.097 mm,装入小瓶,在 80℃ 烘 2 h,置于干燥器中备用。

按表 1 称取试样:

表 1

铜量, %	试料, g
0.01~1	0.500 0±0.000 5
>1~5	0.200 0±0.000 3
>5~10	0.100 0±0.000 3

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(4.1),盖上表皿,置电热板上加热 5~10 min 以除去大部分硫化氢,加入 5 mL 硝酸(4.2),继续加热至试料分解完全,用少量水洗去表皿,蒸发至干。趁热加入 1.5 mL 盐酸(4.3)溶解残渣,加入 3 mL 氯化铁溶液(4.4),移入 25 mL 容量瓶中。

6.3.2 加入 1.5 mL 乙二胺(4.5),2 mL 亚硫酸钠溶液(4.6),1 mL 明胶溶液(4.7),每加入一种试剂均需摇匀,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3.3 倾出上层清液于电解池中,选择适当的电流倍率,于起始电位-0.10 V 处,作常规极谱图。记录峰电流值。同时进行标准系列的测定。

6.4 工作曲线的绘制

移取 0.1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 铜标准溶液(4.8)或(4.9),分别置于一组 25 mL 容量瓶中,加入 3 mL 氯化铁溶液(4.4),以下按分析步骤(6.3.2~6.3.3)进行测定。以铜量为横坐标,峰电流为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算铜的含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 —— 从工作曲线上查得的铜量,mg;

m_0 —— 从工作曲线上查得的空白试验(6.2)铜量,mg;

m —— 试料,g。

8 精密度

表 2

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
0.009~1.74	$r = -0.000 3 + 0.073 1 m^{1)}$	$R = 0.116 5 m^{0.5805}$

注: 1) m 为含量。下同。

第二篇 氢氧化铵-氯化铵底液极谱法

9 方法提要

铜在以氢氧化铵-氯化铵作为支持电解质,明胶为极大抑制剂,亚硫酸钠除氧的底液中产生两个良好的还原波。本标准应用第二个波进行定量分析。试料含铜量低于 0.05% 可改成导数测量。

10 试剂

10.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

10.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

10.3 盐酸(1+1 V+V)。

10.4 氯化铁溶液(5% m/V):称取 5 g 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),用盐酸(2% V/V)溶解并定容至 100 mL,摇匀。此溶液 1 mL 约含 10 mg 铁。

10.5 氢氧化铵-氯化铵底液:2 600 mL 氢氧化铵(ρ 0.9 g/mL),670 g 氯化铵,加入水溶解并定容至 5 000 mL,摇匀。

10.6 亚硫酸钠溶液(20% m/V)。

10.7 明胶溶液(0.5% m/V)(用沸水溶解)。

10.8 铜标准溶液:称取 0.500 0 g 金属铜(99.99%),置入 250 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 20 mL 硝酸(1+1 V+V),微热溶解后,加入 10 mL 硫酸(1+1 V+V),蒸发至冒浓白烟,取下冷却,加水溶解铜盐,用水洗去表皿,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

10.9 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准溶液(10.8),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。

11 仪器

11.1 示波极谱仪。使用 JP-1、JP-2 型示波极谱仪,采用 3 电极系统。

11.2 笔录式极谱仪。

11.3 参比电极:饱和甘汞电极。

12 分析步骤

12.1 试料

按表 3 称取试样:

表 3

铜量, %	试料, g
0.02~1	0.500 0 $\pm$ 0.000 5
>1~5	0.200 0 $\pm$ 0.000 3
>5~10	0.100 0 $\pm$ 0.000 3

12.2 空白试验

随同试料做空白试验。

12.3 测定

12.3.1 将试料(12.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(10.1),盖上表皿,置电热板上加热数分钟使大部分硫化氢逸出,加入 5 mL 硝酸(10.2)继续加热至试料分解完全。用少量水洗去表皿,蒸发至

干。

12.3.2 趁热加入 1 mL 盐酸(10.3)溶解残渣,加入 2 mL 氯化铁溶液(10.4)(如试料中含铅高于 5 mg 时应加入 5 mL,或减少试料),5 mL 水加热至可溶性盐类溶解,冷却,移入 50 mL 容量瓶中。

12.3.3 加入 20 mL 氢氧化铵-氯化铵底液(10.5),2.5 mL 亚硫酸钠溶液(10.6),2.5 mL 明胶溶液(10.7),每加入一种试剂均需摇匀,用水稀释至刻度,摇匀。

12.3.4 倾出上层清液于电解池中,选择适当的电流倍率,于起始电位-0.35 V 处,作常规极谱图。记录峰电流值。同时进行标准系列的测定。

12.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 铜标准溶液(10.8)或(10.9),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 氯化铁溶液(10.4),以下按分析步骤(12.3.3~12.3.4)进行。以铜量为横坐标,峰电流为纵坐标,绘制工作曲线。

13 分析结果的计算

按下式计算铜的含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铜量,mg;

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验(12.2)铜量,mg;

m ——试料,g。

14 精密度

表 4

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
0.014~1.76	$r = 0.047 0 m^{0.811 8}$	$R = 0.008 0 + 0.164 2 m$

第三篇 火焰原子吸收分光光度法

15 方法提要

试料经盐酸、硝酸、硫酸分解,在 5% 盐酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上,波长 324.7 nm 处,测量铜的吸光度。

16 试剂

16.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

16.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

16.3 盐酸(1+1 V+V)。

16.4 盐酸(5% V/V)。

16.5 铜标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铜(>99.99%),置入 250 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 10 mL 硝酸(1+1 V+V),微热,待全部溶解后,加入 10 mL 硫酸(1+1 V+V),蒸至冒三氧化硫白烟,取下冷却,加水溶解铜盐,用水洗去表皿,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

16.6 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液(16.5),置于 250 mL 容量瓶中,用盐酸(16.4)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。

16.7 铜标准溶液:移取 50.00 mL 铜标准溶液(16.6),置于 250 mL 容量瓶中,用盐酸(16.4)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 铜。

17 仪器

17.1 原子吸收分光光度计。(带有塞曼效应或连续光谱灯背景校正器)

17.2 铜单元素空心阴极灯。

17.3 在仪器工作最佳条件下,凡达到下列指标的原子吸收分光光度计,均可使用。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1%;用最低浓度的标准溶液(不是零标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.85。

18 分析步骤

18.1 试料

按表 5 称取试料:

表 5

铜量, %	试料, g	分取试液体积, mL
0.001~0.1	0.500 0 $\pm$ 0.000 5	—
>0.1~0.5	0.500 0 $\pm$ 0.000 5	10.00
>0.5~2	0.200 0 $\pm$ 0.000 3	5.00
>2~5	0.100 0 $\pm$ 0.000 3	5.00

18.2 空白试验

随同试料做空白试验。

18.3 测定

18.3.1 将试料(18.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(16.1),盖上表皿,置电热板上加热,以除去大部分硫化氢,加入 5 mL 硝酸(16.2),继续加热至试料分解完全(如有黑色残渣应加入数滴氢氟酸或少量氟化铵助溶),用少量水洗去表皿,蒸发至干。

18.3.2 趁热加入 5 mL 盐酸(16.3)溶解残渣,用水冲洗杯壁,继续加热至溶液清澈,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。(A 液)。

18.3.3 根据试料中含铜量,按表 5 分取溶液(A 液),置入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(16.4)稀释至刻度,摇匀。(B 液)。

18.3.4 按仪器工作条件(见附录 A),分别测量(A 液)或(B 液)中铜的吸光度。同时进行标准系列的测定。

18.4 工作曲线的绘制

18.4.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00 mL 铜标准溶液(16.6)或 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 铜标准溶液(16.7)(视试料中铜量而定),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(16.3),用水稀释至刻度,摇匀。按仪器工作条件测量吸光度,以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

19 分析结果的计算

按下式计算铜的含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铜量, μg ;

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验(18.2)铜量, μg ;

V_1 ——分取试液体积, mL;

V ——试液总体积, mL;

m ——试料, g。

20 精密度

表 6

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
0.005~1.73	$r = 0.000\ 8 + 0.056\ 5\ m$	$R = 0.003\ 0 + 0.118\ 9\ m$

第四篇 双环己酮草酰二脲光度法

21 方法提要

试料用酸分解,在 pH8.4~9.8 碱性介质中,以柠檬酸铵为络合剂,铜与双环己酮草酰二脲生成蓝色络合物,于分光光度计上,波长 610 nm 处,测量吸光度。

22 试剂

22.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

22.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

22.3 硫酸(1+1 V+V)。

22.4 盐酸(1+1 V+V)。

22.5 柠檬酸铵溶液(10% m/V)。

22.6 氢氧化铵(1+1 V+V)。

22.7 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(pH9.3~9.4):称取 40 g 氯化铵,加入 40 mL 氢氧化铵(ρ 0.90 g/mL),用水稀释到 1 L,摇匀。

22.8 双环己酮草酰二脲($\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_4\text{O}_2$)简称(B.C.O)溶液(0.2% m/V):称取 2 g B.C.O 溶解于 500 mL 乙醇及 500 mL 热水中,温热溶解,用水稀释至 1 L(必要时过滤)。

22.9 铜标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铜(99.99%),置入 250 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 20 mL 硝酸(22.2)及 20 mL 水,加热,待全部溶解后,蒸发至 5~8 mL,加入 10 mL 硫酸(22.3)继续蒸发至冒三氧化硫白烟,取下稍冷,加水使铜盐溶解,冷却,用水洗去表皿,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

22.10 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液(22.9),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铜。

22.11 铜标准溶液:移取 50.00 mL 铜标准溶液(22.10),置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 铜。

23 仪器

分光光度计。

24 分析步骤

24.1 试料

按表 7 称取试样:

表 7

铜量, %	试料, g	分取试液体积, mL
<0.1	1.000 0±0.001	20.00
>0.1~0.5	0.500 0±0.000 5	10.00
>0.5~1	0.200 0±0.000 3	10.00
>1~2	0.200 0±0.000 3	5.00
>2	0.100 0±0.000 3	5.00

24.2 空白试验

随同试料做空白试验。

24.3 测定

24.3.1 将试料(24.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸(22.1),盖上表皿,置电热板上加热 5~10 min 使硫化氢逸出,然后加入 5 mL 硝酸(22.2),继续加热至试料全部溶解(如有黑色残渣可加入数滴氢氟酸或少量氟化铵助溶),取下稍冷后加入 2 mL 硫酸(22.3)并以水冲洗杯壁,洗去表皿,加热蒸发至白烟冒尽,趁热加入 5 mL 盐酸(22.4)20 mL 水煮沸,使盐类溶解,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,澄清。(A 液)。

24.3.2 根据试料含铜量,按表 7 移取 5.00~20.00 mL 试液(A 液),置于 50 mL 容量瓶中。

24.3.3 加入 5 mL 柠檬酸铵溶液(22.5),相应加入 0.5~2 mL 氢氧化铵(22.6)加 10 mL 氢氧化铵-氯化铵缓冲溶液(22.7),5 mL B.C.O 溶液(22.8),用水稀释至刻度,摇匀。

24.3.4 于分光光度计上,波长 610 nm 处,用 0.5~2 cm 比色皿,以试剂空白作参比,测量吸光度。同时进行标准系列的测定。(显色后色泽在 5~120 min 内稳定,若室温低于 10℃应放置 20 min 后测定)。

24.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 铜标准溶液(22.10)或(22.11)(试料含铜量在 0.1%以下时,用(22.11)标准溶液),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按分析步骤(24.3.3~24.3.4)进行测定,以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

25 分析结果的计算

按下式计算铜的含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 —— 从工作曲线上查得的铜量, μg ;

m_0 —— 从工作曲线上查得的空白试验(24.2)铜量, μg ;

V_1 —— 分取试液体积, mL;

V —— 试液总体积, mL;

m —— 试料, g。

26 精密度

表 8

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
0.005~1.7	$r = 0.028 8 m^{0.660 6}$	$R = 0.001 0 + 0.080 0 m$

附 录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 使用日立 180-80 型塞曼原子吸收分光光度计的参考工作条件如表 A1:

表 A1

波长	灯电流	单色器通带	燃烧器高度	空气压力	乙炔压力
nm	mA	nm	mm	MPa	MPa
324.7	7.5	1.3	7.5	0.16	0.03

附加说明:

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心技术归口。

本标准由地质矿产部西安综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人邵明智。

中华人民共和国国家标准

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

铅 的 测 定

GB/T 14353.2—93

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of lead

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中铅含量的测定方法。

本标准适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中铅含量的测定。第一篇测定范围:0.1%~10%;第二篇测定范围:1%以上;第三篇测定范围:0.01%~5%。

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

第一篇 盐酸-氯化钠底液极谱法

3 方法提要

试料经盐酸、硝酸溶解,以盐酸赶去硝酸。铅在盐酸-氯化钠底液中,可以得到良好的极谱波,峰电位约为-0.48 V(对饱和甘汞电极而言)。

4 试剂

4.1 纯铁粉。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.4 盐酸(1+1 V+V)。

4.5 盐酸-氯化钠底液:取 750 mL 盐酸(4.4),加入 250 mL 氯化钠溶液(25% m/V),混匀。

4.6 动物胶溶液(0.5% m/V)。

4.7 铅标准溶液:称取 1.000 0 g 金属铅(99.99%),置入 250 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 20 mL 硝酸(1+1 V+V),低温加热溶解。冷却,用水洗去表皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。

5 仪器

5.1 示波极谱仪。

5.2 笔录式极谱仪。

5.3 参比电极:饱和甘汞电极。

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施

6 分析步骤

6.1 试料 试样粒度应小于 0.097 mm, 装入小瓶, 在 80℃ 烘 2 h, 置于干燥器中备用。

按表 1 称取试样:

表 1

铅量, %	试料, g
0.1~1.0	0.500 0±0.000 5
>1.0~5.0	0.200 0±0.000 3
>5.0~10.0	0.100 0±0.000 3
>10.0	0.100 0±0.000 3

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中, 加入 10~20 mL 盐酸(4.2), 盖上表皿, 低温加热溶解, 赶去硫化氢后, 再加 3 mL 硝酸(4.3), 继续加热至试料完全溶解, 用少量水洗去表皿, 低温蒸至近干, 加入 5 mL 盐酸(4.4), 再蒸干, 赶尽硝酸(必要时再加盐酸蒸干一次), 取下冷却。

6.3.2 准确加入 20 mL 盐酸-氯化钠底液(4.5), 加热溶解盐类, 用水移入 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 动物胶溶液(4.6), 用水稀释至刻度, 摇匀。

6.3.3 将部分溶液倾入 50 mL 烧杯中, 加约 0.2 g 铁粉(4.1), 间歇摇荡, 20 min 后, 用磁铁吸住杯底铁粉, 倾出部分清液于电解池中, 选择适当的电流倍率, 于起始电位为 -0.30 V 处。用极谱仪导数部分测定, 记录峰电流值。同时进行标准系列的测定。

6.4 工作曲线的绘制

分取 0、0.50、1.00、3.00、5.00……10.00 mL 铅标准溶液(4.7), 分别置于一组 50 mL 容量瓶中, 以下按分析步骤(6.3.2~6.3.3)进行测定。以铅量为横坐标, 峰电流为纵坐标, 绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算铅的含量:

$$\text{Pb}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 —— 从工作曲线上查得的铅量, mg;

m_0 —— 从工作曲线上查得空白试验(6.2)铅量, mg;

m —— 试料, g。

8 精密度

表 2

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
0.24~7.54	$r = 0.003 7 + 0.022 1 m$	$R = 0.074 5 + 0.050 9 m$

第二篇 钡铬酸铅容量法

9 方法提要

试料用盐酸分解,加入适量的氯化钡,使试料中存在的硫酸根与钡生成硫酸钡沉淀,避免形成硫酸钡铅的复盐,影响铅的测定。滤去硫酸钡和酸不溶物,在1.5%~2.1%的硝酸介质中,加过量的重铬酸钾,沉淀铬酸铅,用盐酸-氯化钠混合溶液溶解铬酸铅,加入碘化钾,析出与铅等物质量的碘,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。用以计算铅量。

10 试剂

- 10.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
 10.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。
 10.3 氯化钡溶液(10% m/V)。
 10.4 盐酸(2% V/V)。
 10.5 重铬酸钾饱和溶液。
 10.6 乙酸铵溶液(2% m/V)。
 10.7 盐酸-氯化钠混合溶液:称取 300 g 氯化钠溶于 1 250 mL 水中,加 100 mL 盐酸(10.1),摇匀。
 10.8 碘化钾溶液(20% m/V)。
 10.9 硫代硫酸钠标准溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.025 \text{ mol/L}$]:称取 6.2 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),用新煮沸已放冷却的水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,加入 0.1 g 碳酸钠及 1 mL 三氯甲烷,摇匀,贮存于棕色瓶中。
 10.10 硫代硫酸钠标准溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.05 \text{ mol/L}$]:称取 12.4 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),以下按(10.9)进行配制。
 10.11 标定:移取 20.00 mL 或 50.00 mL 铅标准溶液(10.13),置于 200 mL 烧杯中,加入 2.5 mL 铁溶液(10.12),以下按分析步骤(11.3.2~11.3.4)进行标定,同时标定三份,取算术平均值(所消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积差值不得超过 0.2 mL,否则重新进行标定),按下式计算 1 mL 硫代硫酸钠标准溶液(10.9)或(10.10)相当于铅的量:

$$T = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: T —— 1 mL 硫代硫酸钠标准溶液相当于铅的量, g/mL;

m —— 所取铅标准溶液中铅量, g;

V —— 滴定所消耗硫代硫酸钠平均体积, mL;

V_0 —— 试剂空白消耗硫代硫酸钠平均体积, mL。

- 10.12 铁溶液(4 mg/mL):称取高纯三氧化二铁 0.57 g,加入 10 mL 盐酸,加热溶解,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
 10.13 铅标准溶液:称取 1.000 0 g 金属铅(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,沿杯壁加入 100 mL 硝酸(2+1 V+V),加热至完全溶解,冷却至室温,用水洗去表皿,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。
 10.14 淀粉溶液(10 g/L):称取 1 g 可溶性淀粉,以少许水搅拌呈糊状,再加入沸水,搅拌至溶液清亮,冷却,用水稀释至 100 mL,摇匀。

11 分析步骤

11.1 试料

按表 3 称取试样:

表 3

铅量, %	试料, g
1~10	0.500 0±0.000 5
>10~20	0.200 0±0.000 3
>20	0.100 0±0.000 3

11.2 空白试验

随同试料做空白试验。

11.3 测定

11.3.1 将试料(11.1)置于 150 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 20 mL 盐酸(10.1),盖上表皿,置于电热板上加热微沸并保持 20 min,取下稍冷。

11.3.2 加入 5 mL 氯化钡溶液(10.3),继续微沸 5 min,用少量水洗去表皿,用慢速滤纸趁热过滤于 200 mL 烧杯中,用热的盐酸(10.4)洗涤烧杯 4 次,洗涤滤纸 7~8 次,弃去残渣。

11.3.3 将滤液蒸发至 5 mL 左右,加入 5 mL 硝酸(10.2)盖上表皿,加热至棕色氮的氧化物停止发生后,用少量水洗去表皿,在水浴上蒸发至湿盐状,准确加入 1.50 mL 硝酸(10.2)及 8~10 mL 水,加热使盐类溶解,补加水至 100 mL(用量筒量取)。将溶液煮沸,慢慢加入 10 mL 重铬酸钾饱和溶液(10.5),继续微沸 5 min,静置 4 h 或过夜。用慢速定量滤纸过滤,用热的乙酸铵洗液(10.6)洗涤烧杯 5 次,洗涤滤纸直到不含铬酸根离子为止(以硝酸银检查)。

11.3.4 沉淀用盐酸-氯化钠混合溶液(10.7)溶解于原烧杯中,所用的混合溶液应不少于 50 mL,然后用水洗 3 次,将溶液稀释至 100 mL 左右,加入 8 mL 碘化钾溶液(10.8),放置 1~2 min,用硫代硫酸钠标准溶液(10.9)或(10.10)(视铅含量而定),滴定至溶液呈浅黄色,加 1 mL 淀粉溶液(10.14),继续滴定至蓝色消失为终点。

12 分析结果的计算

按下式计算铅的含量:

$$\text{Pb}(\%) = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: V_1 —— 滴定试料所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V_0 —— 滴定空白试验(11.2)所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

T —— 1 mL 硫代硫酸钠标准溶液相当于铅的量, g/mL;

m —— 试料, g。

13 精密度

表 4

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
1.31~7.47	$r = 0.194 5 + (-0.012 3 m)$	$R = 0.331 9 + (-0.029 3 m)$

第三篇 火焰原子吸收分光光度法

14 方法提要

试料经王水(或氢氟酸、王水、高氯酸)分解,在 5%硝酸介质中(或硝酸-硼酸介质),使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上,波长 283.3 nm 处,测量铅的吸光度。