



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.13—93

钨矿石、钼矿石化学分析方法 盐酸-氯化铵底液极谱法测定锡量

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum
ores—Determination of tin content—Polarographic
method in hydrochloric acid-ammonium chloride medium

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 盐酸-氯化铵底液极谱法测定锡量

GB/T 14352.13-93

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum
ores—Determination of tin content—Polarographic
method in hydrochloric acid-ammonium chloride medium

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钨矿石、钼矿石中锡含量的测定方法。

本标准适用于钨矿石、钼矿石中锡含量的测定,测定范围 0.005%~1.0%。

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

GB 6730.33 铁矿石化学分析方法示波极谱法测定锡量

GB 5059.4 钼铁化学分析方法极谱法测定锡量

3 方法提要

试料经过氧化钠熔融分解,用热水浸取,盐酸酸化后,加入铍盐作共沉淀剂,EDTA 作掩蔽剂,然后加入氢氧化铵使溶液 pH 为 9.0~9.5,微量锡与氢氧化铍共沉淀,从而与铁、钼、铅、铜、钨等分离。然后在 20% 盐酸-10% 氯化铵底液中,用示波极谱仪导数部分进行测定。锡的峰电位约为 -0.55 V (对饱和甘汞电极而言)。锡含量为 0.1~20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时,峰高与浓度成正比。

4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 盐酸($\rho=1.19 \text{ g}/\text{mL}$)。

4.3 氢氧化铵($\rho=0.88 \text{ g}/\text{mL}$)。

4.4 盐酸(1+1 V+V)。

4.5 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)溶液(10% m/V):用氢氧化铵(4.3)助溶。

4.6 EDTA 洗液(0.5% m/V):用氢氧化铵(4.4)调节至 pH9 左右。

4.7 氯化铵溶液(25% m/V)。

4.8 铍溶液:称取 3.5 g 氧化铍,置于铂蒸发皿中,用少量水润湿,沿壁慢慢滴入氢氟酸($\rho=1.15 \text{ g}/\text{mL}$)约 20 mL,待剧烈作用停止后(切勿一次加入,会喷溅),加热至完全溶解,取下稍冷,加入 20 mL 硫酸(1+1),加热蒸发至冒白烟,冷却,加 30 mL 水,加热至盐类溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 含 5 mg 铍(或用硫酸铍 $\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 配制)。

4.9 锡标准贮存溶液:称取 0.1000 g 金属锡(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(4.2),放置至完全溶解(过夜),加入 100 mL 水,搅匀,用盐酸(4.4)移入 1000 mL 容量瓶中并稀释至

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施