

GB/T 15924—2010

附录 A  
(资料性附录)  
标准的有关说明

A.1 当铜量大于 2 mg、铋大于 10 mg、钨大于 15 mg、钼大于 10 mg、钒大于 1 mg、铬大于 20 mg 时,采用敏共沉淀分离。

A.2 滴定溶液中各存在 10 mg 砷或锑时,对测定结果影响不大。

GB/T 15924—2010

ICS 73.060  
D 42

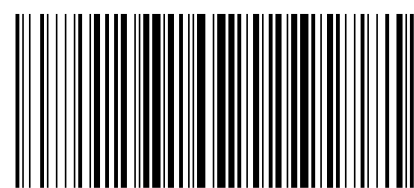


# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15924—2010  
代替 GB/T 15924—1995

## 锡矿石化学分析方法 锡量测定

Method for chemical analysis of tin ores—  
Determination of tin content



GB/T 15924—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-41054

定价: 14.00 元

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

热煮沸至溶液清亮(溶液冒大气泡时),取下稍冷,放在流水中冷却,在冷却过程中注意往漏斗中补加饱和碳酸氢钠(4.7)溶液。勿使导管口露出液面。

6.4.1.3 待溶液冷却后,取下康氏漏斗,投入一小块大理石(4.4),加入马铃薯淀粉溶液 2 mL(4.15),立即用碘酸钾标准溶液(4.14)滴定至溶液呈蓝色即为终点。

6.4.2 碱熔铍共沉淀分离

适用于铜、铋、钨、钼、铬、钒高的矿石。其他参见附录 A。

6.4.2.1 将试料(6.1)置于刚玉坩埚中,加入 3 g 过氧化钠(4.1),搅匀,覆盖约 1 g 过氧化钠,置于已升温 700 °C 的高温炉中,保持此温度至刚全熔,取出,稍冷。将坩埚放入 250 mL 烧杯中,加入 120 mL 水,盖上表面皿,待剧烈作用停止熔融物脱落后(需要时可加热),冷却。迅速加入 15 mL~20 mL 盐酸(4.5),搅拌使沉淀完全溶解,吹洗表面皿,用热水及几滴盐酸洗出坩埚。

注:分离铬时,应赶尽过氧化氢。赶过氧化氢步骤如下:酸化前加入 0.5 mL 钼溶液(4.12),加热煮沸 1 min 即可驱赶尽剩余过氧化氢。

6.4.2.2 往烧杯中加入 4 mL 硫酸铍溶液(4.11)及 30 mL EDTA 溶液(4.8),搅匀,盖上表面皿,置于电炉上加热至 50 °C~60 °C,洗去表面皿,立即用滴定管加入氨水(4.9)至铍沉淀出现(铁量高时溶液变红),并过量 2 mL~3 mL(此时总体积约 200 mL,检查 pH9~pH9.5),置于流水中冷却(室温高时,应投入冰块降温)。用中速定性滤纸过滤,用 EDTA 洗液(4.10)洗涤烧杯及沉淀 2 次~3 次。用 100 mL 盐酸(4.6)分次洗烧杯,分次溶解沉淀于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL~30 mL 水,5 g 酒石酸(4.2),以下按分析步骤(6.4.1.2~6.4.1.3)进行测定。

7 结果计算

锡量用质量分数  $w(\text{Sn})$  计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w(\text{Sn}) = \frac{(V_1 - V_2)f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$V_1$ ——滴定试料溶液消耗的碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定空白溶液的消耗碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$f$ ——碘酸钾标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);

$m$ ——试料称取的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

8 精密度

锡矿石中锡量测定结果精密度见表 1。

表 1 精密度

| 水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$ | 重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$ | 再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$ |
|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| 0.64~4.51                | $r=0.034\ 2+0.011\ 4m$   | $R=0.182\ 4+0.026\ 1m$   |

中华人民共和国  
国家标准  
锡矿石化学分析方法  
锡量测定

GB/T 15924—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

\*

书号:155066·1-41054 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

1.0 mg/mL。

#### 4.14 碘酸钾标准溶液 [ $c(1/6 \text{ KIO}_3)=0.01 \text{ mol/L}$ ]:

##### a) 配制:

称取 0.35 g 碘酸钾、4 g 碘化钾、1 g 氢氧化钠,加适量水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

##### b) 标定:

吸取 10.00 mL 锡标准储备溶液(4.13),置于 500 mL 锥形瓶中,加入 45 mL 盐酸(4.5),用水稀释至 120 mL~130 mL,加入 2.0 g~2.5 g 铝片(4.3),以下按分析步骤(5.4.1.2~5.4.1.3)进行标定。同时标定三份,按式(1)计算碘酸钾标准溶液的因子  $f$ ,三份标定所消耗碘酸钾标准溶液的极差值不应超过 0.1 mL。并同时空白试验。

$$f = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$f$ ——碘酸钾标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);

$m$ ——锡的质量,单位为克(g);

$V$ ——滴定锡溶液消耗碘酸钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白溶液消耗碘酸钾溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.15 马铃薯淀粉溶液(10 g/L):称取 1 g 马铃薯淀粉,加适量水润湿,加沸水溶解,冷却,加入 2 g 碘化钾,定容 100 mL,搅匀(现用现配)。滴定前需做检查,若滴定终点不敏锐或出现终点泛红要另选淀粉配制。

## 5 试样

5.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。

5.2 试样在 105  $^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按试样中不同含锡量称取 0.1 g~0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。

### 6.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所取试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

### 6.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

### 6.4 试料分解与测定

#### 6.4.1 碱熔直接测定

适用于一般含干扰元素少的矿石。

6.4.1.1 将试料(6.1)置于刚玉坩埚中(若试料含硫高,预先在 500  $^{\circ}\text{C}$  灼烧 30 min)。加入 3 g 过氧化钠(4.1),搅匀,再覆盖约 1 g 过氧化钠(4.1),置于已升温 700  $^{\circ}\text{C}$  的高温炉中,保持此温度至刚全熔(约 10 min),(熔融时间过长,中和时易析出硅酸)。取出稍冷,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水提取,加入 5 g 酒石酸(4.2),(与钨形成橙黄色络合物,钨 15 mg 以下不影响),搅拌使其溶解,随即迅速加入 60 mL 盐酸(4.5),并立即搅拌,用水洗出坩埚。

6.4.1.2 用水将溶液转移至 500 mL 锥形瓶中,溶液体积控制在 120 mL~130 mL 之间,(酸化后即应还原滴定,不能放置超过 12 h)。加入 2.0 g~2.5 g 折叠成小块的铝片(4.3),盖上康氏漏斗,在漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液(4.7),使导管口浸没在溶液中,还原过程中间不断摇动锥形瓶,待铝片溶解后,加

## 前 言

本标准代替 GB/T 15924—1995《锡矿石化学分析方法 碘量法测定锡量》。

本标准与 GB/T 15924—1995 相比,主要变化如下:

——修改了标准的中文名称;

——修改了标准的英文名称;

——增加了警示、警告的内容;

——增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求;

——增加了对试样粒径及其干燥的要求;

——增加了验证试验内容。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:湖北省地质实验研究所。

本标准主要起草人:唐兴敏、柳建一、方金东。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15924—1995。