

中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.16—93

GB/T 14352.16—93

钨矿石、钼矿石化学分析方法

3,3'-二氨基联苯胺光度法测定硒量

Methods for chemical analysis of tungsten ores
and molybdenum ores—Determination of selenium
content—3,3'-diaminobenzidine photometric method

中华人民共和国
国家标准
钨矿石、钼矿石化学分析方法
3,3'-二氨基联苯胺光度法测定硒量
GB/T 14352.16—93

*
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.bzcb.com
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 7 千字
1994年2月第一版 2005年8月第二次印刷

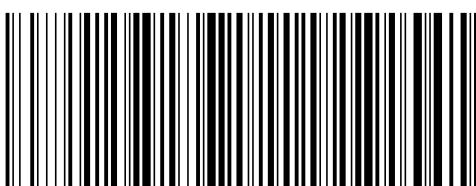
*
书号：155066·1-24147 定价 8.00 元

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

1993-05-12 发布

1994-02-01 实施



GB/T 14352.16-1993

国家技术监督局发布

附录 A
标准的有关说明
(参考件)

- A1 在显色过程中,硝酸根有严重干扰,严禁引入。
A2 用溴-氢溴酸溶解沉淀后即时加入碘基水杨酸,除去游离溴。
A3 显色时亦可放置暗处发色。10~20℃放置4 h 显色完全;25℃左右放置2 h 显色完全。
A4 硫酸(1+1 V+V,去硒):取100 mL 硫酸(1+1 V+V),加入5 mL 氢溴酸(ρ 1.50 g/mL),放在电炉上加热至冒三氧化硫浓烟后取下,冷却,与等体积水混合。
A5 在共沉淀时,由于钨钼也同时还原,消耗部分次亚磷酸钠,故应适当多加次亚磷酸钠。

中华人民共和国国家标准

钨矿石、钼矿石化学分析方法
3,3'-二氨基联苯胺光度法测定硒量

GB/T 14352.16—93

Methods for chemical analysis of tungsten ores
and molybdenum ores—Determination of selenium
content—3,3'-diaminobenzidine photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钨矿石、钼矿石中硒含量的测定方法。

本标准适用于钨矿石、钼矿石中硒含量的测定,测定范围2~500 $\mu\text{g/g}$ 。

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

试样用硝酸-氢氟酸-硫酸分解,在盐酸介质中,经次亚磷酸钠还原,单体硒与砷共沉淀分离。溶液在pH2~3时,四价硒与3,3'-二氨基联苯胺生成深黄色络合物,在pH6~9时可被苯、甲苯等有机溶剂定量萃取,于分光光度计上,波长420 nm处,测量吸光度。

4 试剂

- 4.1 次亚磷酸钠。
- 4.2 无水硫酸钠。
- 4.3 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。
- 4.4 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。
- 4.5 硫酸(1+1 V+V)。
- 4.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.7 甲苯(ρ 0.863 g/mL)。
- 4.8 盐酸(1+1 V+V)。
- 4.9 盐酸(1+3 V+V,含少量次亚磷酸钠)。
- 4.10 硫酸铜溶液(15.6% m/V):称取15.6 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),加入4 mL 去硒硫酸(1+1 V+V),用水稀释至100 mL,搅拌溶解。此溶液1 mL 含硫酸铜100 mg(也可用氯化铜)。
- 4.11 砷酸氢二钠溶液(2.1% m/V):称取2.1 g 砷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶解于水中,用水稀释至100 mL,摇匀。此溶液1 mL 含5 mg 砷。
- 4.12 溴-溴氨酸混合液:量取60 mL 氢溴酸置入250 mL 容量瓶中,加入140 mL 水,1 mL 溴,摇动溶解。
- 4.13 氢溴酸(1+9 V+V)。

国家技术监督局1993-05-12 批准

1994-02-01 实施