ICS 77.120.99
H 63

中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.2—2008
代替 GB/T 6150.2～6150.3—1985

钨精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—Determination of tin content—The potassium iodate volumetry and hydrogenate atomic absorption spectrometry

2008-06-17 发布　　2008-12-01 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

GB/T 6150.2—2008

中华人民共和国
国家标准
钨精矿化学分析方法
锡量的测定
碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法
GB/T 6150.2—2008
*
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 0.75　字数 14 千字
2008年8月第一版　2008年8月第一次印刷
*
书号:155066·1-32892　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

GB/T 6150.2-2008

量其吸光度。以锡浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

15 分析结果的计算

按式(3)计算锡的质量分数，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Sn}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_5 \times V_7}{m_1 \times V_6 \times 10^6} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

ρ_1——自工作曲线上查得试液中锡的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ_0——自工作曲线上查得空白溶液中锡的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V_5——试液总体积，单位为毫升(mL)；

V_6——分取试液体积，单位为毫升(mL)；

V_7——测定试液体积，单位为毫升(mL)；

m_1——试样量，单位为克(g)。

16 精密度

16.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得：

锡的质量分数(%)：	0.005 0	0.050	0.100
重复性限 r(%)：	0.001 1	0.006	0.014

16.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表4所列允许差。

表 4

锡的质量分数/%	允许差/%
0.005～0.010	0.003
＞0.010～0.030	0.004
＞0.030～0.050	0.008
＞0.050～0.10	0.015
＞0.10～0.20	0.03

17 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当两者都没有时，也可用控制样品代替)，每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

前　言

GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》分为17部分：

GB/T 6150.1　钨精矿化学分析方法　三氧化钨量的测定　钨酸铵灼烧重量法

GB/T 6150.2　钨精矿化学分析方法　锡量的测定　碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法

GB/T 6150.3　钨精矿化学分析方法　磷量的测定　磷钼黄分光光度法

GB/T 6150.4　钨精矿化学分析方法　硫量的测定　高频红外吸收法

GB/T 6150.5　钨精矿化学分析方法　钙量的测定　EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法

GB/T 6150.6　钨精矿化学分析方法　湿存水量的测定　重量法

GB/T 6150.7　钨精矿化学分析方法　钽铌量的测定　等离子体发射光谱法和分光光度法

GB/T 6150.8　钨精矿化学分析方法　钼量的测定　硫氰酸盐分光光度法

GB/T 6150.9　钨精矿化学分析方法　铜量的测定　火焰原子吸收光谱法

GB/T 6150.10　钨精矿化学分析方法　铅量的测定　火焰原子吸收光谱法

GB/T 6150.11　钨精矿化学分析方法　锌量的测定　火焰原子吸收光谱法

GB/T 6150.12　钨精矿化学分析方法　二氧化硅量的测定　硅钼蓝分光光度法和重量法

GB/T 6150.13　钨精矿化学分析方法　砷量的测定　氢化物原子吸收光谱法和DDTC-Ag分光光度法

GB/T 6150.14　钨精矿化学分析方法　锰量的测定　硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法

GB/T 6150.15　钨精矿化学分析方法　铋量的测定　火焰原子吸收光谱法

GB/T 6150.16　钨精矿化学分析方法　铁量的测定　磺基水杨酸分光光度法

GB/T 6150.17　钨精矿化学分析方法　锑量的测定　氢化物原子吸收光谱法

本部分为GB/T 6150的第2部分。

本部分代替GB/T 6150.2—1985《钨精矿化学分析方法　碘酸钾容量法测定锡量》和GB/T 6150.3—1985《钨精矿化学分析方法　水杨基荧光酮-氯化十四烷基吡啶光度法测定锡量》。

本部分与GB/T 6150.2—1985和GB/T 6150.3—1985相比主要变化如下：

——以氢化物原子吸收光谱法代替光度法；

——增加了重复性限条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由赣州有色冶金研究所、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法1由赣州有色冶金研究所、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法2由株洲硬质合金集团有限公司负责起草。

本部分方法1由郴州钻石钨制品有限责任公司参加起草。

本部分方法2由赣州有色冶金研究所参加起草。

本部分方法1主要起草人：张江峰、朱纯茳、李果华。

本部分方法2主要起草人：杜方才、王璇。

本部分方法1主要验证人：杜方才、王璇。

本部分方法2主要验证人：陈涛、赖剑。

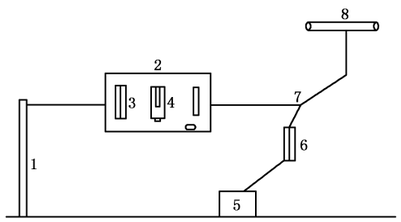
本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6150.2—1985、GB/T 6150.3—1985。

11.4 过氧化氢(ρ1.10 g/mL)。
11.5 盐酸(ρ1.19 g/mL)。
11.6 盐酸(2+1)。
11.7 盐酸(1+95)。
11.8 氨水溶液(1+4)。
11.9 溴甲酚绿溶液(1 g/L)。
11.10 酒石酸溶液(50 g/L)。
11.11 酒石酸溶液(4 g/L)。
11.12 硼氢化钾溶液:称取 10 g 硼氢化钾和 3 g 氢氧化钠,溶于水中,用水稀释至 1 000 mL(用时现配)。
11.13 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯锡[w(Sn)≥99.95%,用前去掉表面氧化层],置于1 000 mL 容量瓶中,加入 200 mL 盐酸(11.5),在沸水浴上溶解完全后,冷却,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锡 0.1 mg。
11.14 锡标准溶液:移取 10.00 mL 锡标准贮存溶液(11.13)于 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(11.7)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锡 1 μg。

12 仪器

12.1 原子吸收光谱仪,附锡空心阴极灯。
12.2 流动注射氢化物发生器。
12.2.1 原子化温度:800℃～900℃。
12.2.2 载气:充氧氮气(含 0.5%～1%氧气),调压器输出压强 0.25 MPa,流量 400 mL/min。
如实验室无充氧氮气可按图 1 连接辅助载气(压缩空气或氧气)实现同样的效果:
载气工作参数:
主载气——高纯氮气,输出压强 0.25 MPa,流量 400 mL/min;
辅助载气——压缩空气,输出压强 0.05 MPa,流量 20 mL/min～30 mL/min;
——氧气,输出压强 0.05 MPa,流量 4 mL/min～8 mL/min。



1——氮气瓶;
2——氢化物发生器;
3——流量计;
4——气液分离器;
5——空压机或氧气瓶;
6——流量计;
7——玻璃三通(一角约 60°,另两角约 150°);
8——石英管。

图 1 氢化物发生器载气连接图

12.3 当仪器(12.1)和仪器(12.2)联用之后,在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

钨精矿化学分析方法
锡量的测定
碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法

方法 1 碘酸钾容量法

1 范围

本方法规定了钨精矿中锡含量的测定方法。
本方法适用于钨精矿中锡含量的测定。测定范围(质量分数):0.20%～2.0%。

2 方法提要

试料以锌粉-氢氧化钠烧结,盐酸浸取,用高锰酸钾将钨氧化成钨酸析出,过滤,使之与锡分离。然后在一定酸度下,用铁粉将锡还原,以淀粉为指示剂,用碘酸钾标准溶液测定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。
3.1 锌粉。
3.2 氢氧化钠。
3.3 氯化钠。
3.4 高锰酸钾。
3.5 还原铁粉。溶于盐酸后应清亮无色。
3.6 盐酸(ρ1.19 g/mL)。
3.7 盐酸(2+1)。
3.8 盐酸(3+7)。
3.9 饱和碳酸氢钠溶液。
3.10 动物胶溶液(10 g/L):用时现配。
3.11 碘化钾-淀粉混合液:称取 50 g 碘化钾,置于 400 mL 烧杯中,用 250 mL 水溶解。再称取 5 g 淀粉,置于 600 mL 烧杯中,用 200 mL 沸水溶解,然后煮沸 2 min。冷却后将两者混匀,再加入 0.5 g 氢氧化钾,以水稀至 500 mL,混匀,储存于棕色瓶中。有效期为一个月。
3.12 锡标准溶液:称取 0.500 0 g 纯锡[w(Sn)≥99.95%,用前去掉表面氧化层],置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 200 mL 盐酸(3.6),在沸水浴上溶解完全后,冷却,以水稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锡 0.50 mg。
3.13 碘酸钾标准溶液
3.13.1 配制:称取 0.125 g 碘酸钾、0.5 g 碘化钾和 0.2 g 氢氧化钾于 1 000 mL 烧杯中,用热水溶解,冷却后用水稀至 1 000 mL,混匀。
3.13.2 标定:将按 5.4.1 操作的空白坩埚置于 200 mL 烧杯中,加入 45 mL 盐酸(3.7),煮沸浸取后,滤入 300 mL 锥形瓶中,加入 10.00 mL 锡标准溶液(3.12)、20 mL 盐酸(3.6),以盐酸(3.8)稀释至 100 mL,以下按 5.4.3 和 5.4.4 进行。
同时作空白试验。其消耗的碘酸钾标准溶液体积应小于 0.3 mL。