

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.13—93

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

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

\*

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: 155066·1-24144 定价 8.00 元

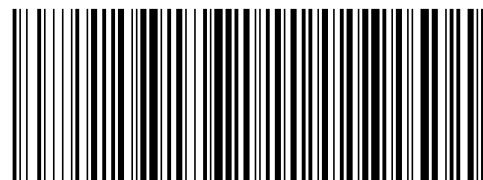
如有印装差错 由本社发行中心调换

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 14352.13—1993

国家技术监督局 发布

附录 A  
标准的有关说明  
(参考件)

- A1 试样中含硫量高时,预先在 500℃灼烧 30 min。  
A2 熔融时间不宜过长,切勿从低温升起,以免中和时硅酸析出。  
A3 提取时体积不要小于 120 mL,盐酸也不要慢慢加入,否则可能析出硅酸。  
A4 所用盐酸应预先进行检查,选用空白最低的。  
A5 有时坩埚壁上会附着少许棕色沉淀,洗出时可以滴加盐酸(4.2)溶解。  
A6 因漏斗中沉淀占有一定体积,有时氯化铵用量略少于 20 mL 已到容量瓶的刻度,对锡的峰高影响不大,但能使锡峰电位略向正方向移动。  
A7 如试样中含钨量甚高,且与锡量之比相差甚大时,可以在提取时,加入 20 mL 饱和草酸溶液,使钨分离得更完全。

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南京综合岩矿测试中心负责起草。  
本标准主要起草人杨静勤。

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 μg/mL 时,峰高与浓度成正比。

4 试剂

- 4.1 过氧化钠。  
4.2 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。  
4.3 氢氧化铵( $\rho=0.88$  g/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( $\rho=1.15$  g/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 0.100 0 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 1 000 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