

中华人民共和国国家标准

GB 6730.34—86

铁矿石化学分析方法 邻苯二酚紫-溴化十六烷基三甲胺 光度法测定锡量

Methods for chemical analysis of iron ores
The pyrocatechol violet-cetyl trimethylamine bromide
photometric method for the determination of tin content

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

国家 标 准 局 发 布

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法 邻苯二酚紫 - 溴化十六烷基三甲胺 光度法测定锡量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730·34—86

代替GB 1377—78

Methods for chemical analysis of iron ores
The pyrocatechol violet - cetyl trimethylamine bromide
photometric method for the determination of tin content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中锡量的测定。测定范围：0.005~0.200%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用氢氟酸、硝酸、硫酸分解，不溶残渣用过氧化钠熔融。用蒸馏法使锡以溴化锡形式与干扰元素分离，在硫酸-柠檬酸介质中（pH 1.3~1.7），锡与邻苯二酚紫、溴化十六烷基三甲胺生成有色的三元络合物，在波长660 nm 处，测量其吸光度，借此测定锡。

2 试剂

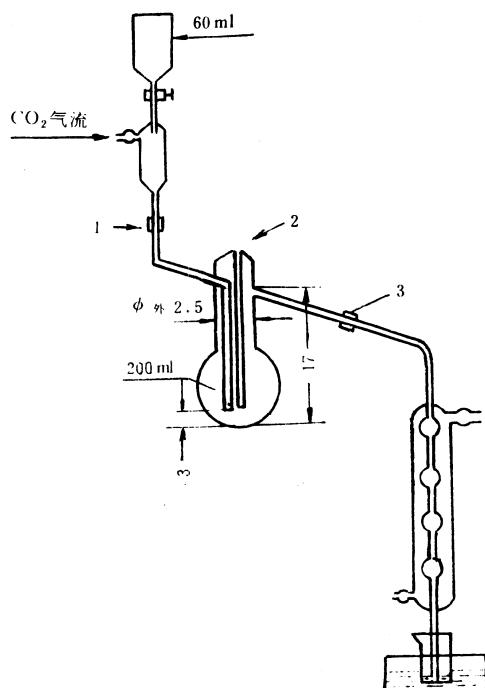
- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 硝酸 ($\rho 1.42 \text{ g}/\text{mL}$)。
- 2.3 氢氟酸 ($\rho 1.15 \text{ g}/\text{mL}$)。
- 2.4 氢溴酸 ($\rho 1.49 \text{ g}/\text{mL}$)。
- 2.5 过氧化氢 (30%)。
- 2.6 硫酸 (1 + 1)。
- 2.7 硫酸 (1 + 6)。
- 2.8 硫酸-柠檬酸混合溶液：称取50g 柠檬酸置于烧杯中，加水溶解，滤入1000 mL 容量瓶中，加入120mL 硫酸 (2.6)，以水稀释至刻度，混匀。
- 2.9 抗坏血酸溶液 (5%)：用时现配。
- 2.10 溴化十六烷基三甲胺 (简称CTMAB) 水溶液 (0.22%)，过滤后使用，可稳定半个月。
- 2.11 邻苯二酚紫 (简称PV)-CTMAB混合显色剂：称取0.012g PV，置于100mL 烧杯中，加水约25mL 溶解，移入100mL 容量瓶中，然后加5mL CTMAB溶液 (2.10)，用水稀释至刻度，混匀。用时配制。
- 2.12 氢氧化钠溶液 (30%)。
- 2.13 对硝基酚溶液 (0.1%)。
- 2.14 锡标准溶液
- 2.14.1 称取0.1000g 金属锡 (99.99%)，置于500mL 烧杯中，加60mL 硫酸 (2.6)，加热溶解后冷却，补加220mL 硫酸 (2.6)，冷却至室温后，移入1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL 含100.0 μg 锡。
- 2.14.2 移取50.00 mL 锡标准溶液 (2.14.1)，置于1000mL 容量瓶中，加100mL 柠檬酸溶液(50%)、

92 ml 硫酸 (2.6)，冷至室温，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml 含 $5.0 \mu\text{g}$ 锡。

3 仪器

3.1 二氧化碳发生器（用大理石和工业盐酸发生二氧化碳）。

3.2 锡蒸馏装置（如图）：全玻璃制。



1、3—磨口接头；2—温度计插口

注：图中尺寸数字的单位均为厘米。

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于 $100 \mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于 $160 \mu\text{m}$ 。

4.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

5 分析步骤

5.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2～4次测定。

5.2 试样量

按表1称取试样和分取试液。