



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.13—2010
代替 GB/T 14352.13—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 13 部分：锡量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 13: Determination of tin content

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 18 个部分：

- 第 1 部分：钨量测定；
- 第 2 部分：钼量测定；
- 第 3 部分：铜量测定；
- 第 4 部分：铅量测定；
- 第 5 部分：锌量测定；
- 第 6 部分：镉量测定；
- 第 7 部分：钴量测定；
- 第 8 部分：镍量测定；
- 第 9 部分：硫量测定；
- 第 10 部分：砷量测定；
- 第 11 部分：铋量测定；
- 第 12 部分：银量测定；
- 第 13 部分：锡量测定；
- 第 14 部分：镓量测定；
- 第 15 部分：锗量测定；
- 第 16 部分：硒量测定；
- 第 17 部分：碲量测定；
- 第 18 部分：铼量测定。

本部分为 GB/T 14352 的第 13 部分。

本部分代替 GB/T 14352.13—1993《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》。

本部分与 GB/T 14352.13—1993 相比，主要变化如下：

- 增加氢化物原子荧光光谱法测定锡量的方法；
- 增加了警示、警告内容；
- 修改了试样干燥温度。

本部分的附录 A 资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：江苏省地质调查研究院（国土资源部南京矿产资源监督检测中心）。

本部分主要起草人：黄光明、汤志云、蔡玉曼、常青。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14352.13—1993。

钨矿石、钼矿石化学分析方法

第 13 部分：锡量测定

警示：使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14352 的本部分规定了钨矿石、钼矿石中锡量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中锡量的测定。

测定范围：极谱法 0.005%~1.0% 的锡，原子荧光光谱法 0.5 $\mu\text{g/g}$ ~2 000 $\mu\text{g/g}$ 的锡。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14352 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度 第 2 部分：确定标准测试方法的重复性和再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 盐酸-氯化铵底液极谱法

3.1 原理

试样用过氧化钠熔融分解，用热水浸取，盐酸酸化后，加入铍盐作共沉淀剂，EDTA 作掩蔽剂，然后加入氨水使溶液 pH 为 9.0~9.5，微量锡与氢氧化铍共沉淀，从而与铁、铝、铅、铜、钨等分离。然后在盐酸-氯化铵底液中，锡的峰电位约为 -0.55 V (对饱和甘汞电极)，用示波极谱仪导数部分进行测定峰高，计算锡量。

3.2 试剂

本部分除非另有说明，在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 过氧化钠。

3.2.2 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.2.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2.4 盐酸(1+1)。

3.2.5 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)溶液[100 g/L,用氨水(3.2.2)助溶]。

3.2.6 EDTA 洗液[5 g/L,用氨水(3.2.2)调节至 pH 9 左右]。

3.2.7 氯化铵溶液(250 g/L)。

3.2.8 铍溶液：

称取 3.5 g 氧化铍，置于铂蒸发皿中，用适量水润湿，沿壁分次慢慢滴入氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)约 20 mL，待剧烈作用停止后，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，