



中华人民共和国国家标准

GB/T 15924—1995

锡矿石化学分析方法 碘量法测定锡量

Method for chemical analysis of tin ores
—Determination of tin content
—Iodometric method

1995-12-20 发布

1996-08-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锡矿石化学分析方法 碘量法测定锡量

GB/T 15924—1995

Method for chemical analysis of tin ores

—Determination of tin content

—Iodometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锡矿石中锡含量的测定方法。

本标准适用于锡矿石中锡含量的测定,测定范围:0.2%以上。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 1820 锡精矿中锡量的测定 碘量法测定锡量

GB 6150.2 钨精矿化学分析方法 碘酸钾容量法测定锡量

3 方法提要

试样经过氧化钠熔融,水浸取,在盐酸介质中,用铝片将锡(IV)还原为锡(II),用碘酸钾标准溶液滴定,计算锡量。当干扰元素超过允许量时,需采取铍共沉淀分离。

4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 酒石酸。

4.3 铝片(99.5%纯度),厚0.1 mm。

4.4 大理石(白色,经检验不含还原物质)。

4.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.6 盐酸(1+1)。

4.7 饱和碳酸氢钠溶液。

4.8 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)溶液(100 g/L):滴加氨水(4.9)至溶解并检查 pH 应小于 10。

4.9 氢氧化铵(ρ 0.08 g/mL)。

4.10 EDTA 洗液(5 g/L)。

注:用氨水调节 pH 9~9.5。

4.11 硫酸铍溶液(100 g/L):称取 10 g $\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 加水溶解,如浑浊则需过滤,定容 100 mL,摇匀。

4.12 铍溶液:称取 20 mg 四氧化铍,用氢氧化钠溶液(40 g/L)溶解,加水定容 100 mL,摇匀。

4.13 锡标准溶液:称取 1.000 0 g 金属锡(99.99%),置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 200 mL 盐酸

国家技术监督局 1995-12-20 批准

1996-08-01 实施

(4.5),待其完全溶解后(2~3天),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液浓度 0.001 0 g/mL。

4.14 碘酸钾标准溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3)=0.01\text{ mol/L}$]:称取 0.35 g 碘酸钾、4 g 碘化钾、1 g 氢氧化钠,加适量水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.15 标定

吸取 10.00 mL 锡标准溶液(4.13),置于 500 mL 锥形瓶中,加入 45 mL 盐酸(4.5),用水稀释至 120~130 mL,加入 2~2.5 g 铝片(4.3),以下按分析步骤(5.4.1.2~5.4.1.3)进行标定。三份标定所消耗碘酸钾标准溶液的极差值不应超过 0.1 mL。并同时空白试验。

按式(1)计算 1 mL 碘酸钾标准溶液相当于锡的量:

$$T = \frac{m}{V - V_0} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: T ——1 mL 碘酸钾标准溶液相当于锡的量, g/mL;

m ——吸取锡标准溶液中的锡量, g;

V ——滴定所消耗的碘酸钾标准溶液的体积(平均值), mL;

V_0 ——空白中消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL。

4.16 马铃薯淀粉溶液(10 g/L):称取 1 g 马铃薯淀粉,加少许水润湿,加沸水溶解,冷却,加入 2 g 碘化钾,定容 100 mL,搅匀(现用现配)。滴定前需作检查,若滴定终点不敏锐或出现终点泛红要另选淀粉配置。

5 分析步骤

5.1 试料

按不同含锡量称取 0.1~0.5 g 试样,精确至 $\pm 0.000\ 3\sim 0.000\ 5\text{ g}$ 。

5.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验。

5.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

5.4 测定

5.4.1 碱熔直接测定(适用于一般含干扰元素少的矿石)。

5.4.1.1 将试料(5.1)置于刚玉坩埚中(若试样含硫高,预先在 500℃灼烧 30 min)。加入 3 g 过氧化钠(4.1),搅匀,再覆盖约 1 g 过氧化钠(4.1),置于已升温 700℃的高温炉中,保持此温度至刚全熔(约 10 min),(熔融时间过长,中和时易析出硅酸)。取出稍冷,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水提取,加入 5 g 酒石酸(4.2),(与钨形成橙黄色络合物,钨 15 mg 以下不影响),搅拌使其溶解,随即迅速加入 60 mL 盐酸(4.5),并立即搅拌,用水洗出坩埚。

5.4.1.2 用水将溶液转移至 500 mL 锥形瓶中,溶液体积控制在 120~130 mL 之间,(酸化后即应还原滴定,不能放置过夜)。加入 2~2.5 g 折叠成小块的铝片(4.3),盖上康氏漏斗,在漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液(4.7),使导管口浸没在溶液中,还原过程中不断摇动锥形瓶,待铝片溶解后,加热煮沸至溶液清亮(溶液冒大气泡时),取下稍冷,放在流水中冷却,在冷却过程中注意往漏斗中补加饱和碳酸氢钠(4.7)溶液。勿使导管口露出液面。

5.4.1.3 待溶液冷却后,取下康氏漏斗,投入一小块大理石(4.4),加入 5 mL 马铃薯淀粉溶液(4.16),立即用碘酸钾标准溶液(4.14)滴定至溶液呈蓝色即为终点。

5.4.2 碱熔铍共沉淀分离(适用于含铜、铋、钨、钼、铬、钒高的矿石)。

5.4.2.1 将试料(5.1)置于刚玉坩埚中,加入 3 g 过氧化钠(4.1),搅匀,覆盖约 1 g 过氧化钠,置于已升温 700℃的高温炉中,保持此温度至刚全熔,取出,稍冷。将坩埚放入 250 mL 烧杯中¹⁾,加入 120 mL 水,盖上表面皿,待剧烈作用停止熔融物脱落后(需要时可加热),冷却。迅速加入 15~20 mL 盐酸(4.5),搅

拌使沉淀完全溶解,吹洗表皿,用热水及几滴盐酸洗出坩埚。

注:1) 分离铬时需赶尽过氧化氢,否则酸化后铬被还原为三价,与铍共沉淀,达不到分离目的。赶过氧化氢步骤如下:酸化前加入 0.5 mL 铍溶液(4.12),加热煮沸 1 min 即可驱赶尽剩余过氧化氢。

5.4.2.2 往烧杯中加入 4 mL 铍溶液(4.11)及 30 mL EDTA 溶液(4.8),搅匀,盖上表面皿,置于电炉上加热至 50~60 °C,洗去表面皿,立即用滴定管加入氢氧化铵(4.9)至铍沉淀出现(铁量高时溶液变红),过量 2~3 mL(此时总体积约 200 mL,检查 pH 9~9.5),置于流水中冷却(室温高时,应投入冰块降温)。用中速滤纸过滤,用 EDTA 洗液(4.10)洗涤烧杯及沉淀各 2~3 次。用 100 mL 盐酸(4.6)分次洗烧杯,分次溶解沉淀于 500 mL 锥形瓶中,加入 20~30 mL 水,5 g 酒石酸(4.2),以下按分析步骤(5.4.1.2~5.4.1.3)进行测定。

6 分析结果的计算

按式(2)计算锡的含量

$$W_{\text{Sn}}/\% = \frac{(V_1 - V_2) \times T}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: T ——1 mL 碘酸钾标准溶液相当于锡的量, g/mL;

V_1 ——滴定时所消耗碘酸钾标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白试验(5.2)中所消耗的碘酸钾标准溶液的体积, mL;

m_s ——试料, g。

7 精密度

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
0.64~4.51	$r=0.034\ 2+0.011\ 4\ m$	$R=0.182\ 4+0.026\ 1\ m$

附 录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 当铜量大于 2 mg、铋大于 10 mg、钨大于 15 mg、钼大于 10 mg、钒大于 1 mg、铬大于 20 mg 时,需采用铍共沉淀分离。

A2 滴定溶液中各存在 10 mg 砷或锑时,对测定结果影响不大。

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武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人柳建一。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

锡矿石化学分析方法

碘量法测定锡量

GB/T 15924—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字

1996年8月第一版 1996年8月第一次印刷

印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-12476 定价 8.00 元

*

标 目 288—99



GB/T 15924—1995