

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15924—2010  
代替 GB/T 15924—1995

## 锡矿石化学分析方法 锡量测定

Method for chemical analysis of tin ores—  
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  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准代替 GB/T 15924—1995《锡矿石化学分析方法 碘量法测定锡量》。

本标准与 GB/T 15924—1995 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的中文名称;
- 修改了标准的英文名称;
- 增加了警示、警告的内容;
- 增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求;
- 增加了对试样粒径及其干燥的要求;
- 增加了验证试验内容。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:湖北省地质实验研究所。

本标准主要起草人:唐兴敏、柳建一、方金东。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15924—1995。

# 锡矿石化学分析方法

## 锡量测定

警示:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了锡矿石中锡量的测定方法。

本标准适用于锡矿石中锡量的测定。

测定范围:0.2%以上的锡。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 原理

试料用过氧化钠熔融,水浸去,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,需采取敏共沉淀分离。

### 4 试剂

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。

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( $\rho$ 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):溶解 100 g 乙二胺四乙酸二钠于 1 000 mL 水中,滴加氨水(4.9)至溶解并检查 pH 应小于 10。

4.9 氨水( $\rho$ 0.8 g/mL)。

4.10 EDTA 洗液(5 g/L):溶解 5.0 g 乙二胺四乙酸二钠 1 000 mL 水中,用氨水调节 pH 值 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,如混浊则需过滤,定容至 100 mL,摇匀。

4.12 铍溶液(0.2 g/L):称取 0.020 g 四氧化铍,用氢氧化钠(40 g/L)溶解,加水定容至 100 mL,摇匀。

4.13 锡标准储备溶液:称取 1.000 0 g 金属锡(质量分数 $\geq$ 99.99%),置于 1 000 mL 容量瓶中,加入 200 mL 盐酸(4.5),待其完全溶解后(2 天~3 天),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液锡的质量浓度为

1.0 mg/mL。

#### 4.14 碘酸钾标准溶液 [ $c(1/6 \text{ KIO}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$ ]:

##### a) 配制:

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;

##### b) 标定:

吸取 10.00 mL 锡标准储备溶液(4.13),置于 500 mL 锥形瓶中,加入 45 mL 盐酸(4.5),用水稀释至 120 mL~130 mL,加入 2.0 g~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。同时标定三份,按式(1)计算碘酸钾标准溶液的因子  $f$ ,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。

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

式中:

$f$ ——碘酸钾标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);

$m$ ——锡的质量,单位为克(g);

$V$ ——滴定锡溶液消耗碘酸钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白溶液消耗碘酸钾溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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

## 5 试样

5.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。

5.2 试样在 105  $^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按试样中不同含锡量称取 0.1 g~0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。

### 6.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所取试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

### 6.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

### 6.4 试料分解与测定

#### 6.4.1 碱熔直接测定

适用于一般含干扰元素少的矿石。

6.4.1.1 将试料(6.1)置于刚玉坩埚中(若试料含硫高,预先在 500  $^{\circ}\text{C}$  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  $^{\circ}\text{C}$  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。

6.4.1.2 用水将溶液转移至 500 mL 锥瓶中,溶液体积控制在 120 mL~130 mL 之间,(酸化后即应还原滴定,不能放置超过 12 h)。加入 2.0 g~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,还原过程中间不断摇动锥形瓶,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。

6.4.1.3 待溶液冷却后,取下康氏漏斗,投入一小块大理石(4.4),加入马铃薯淀粉溶液 2 mL(4.15),立即用碘酸钾标准溶液(4.14)滴定至溶液呈蓝色即为终点。

#### 6.4.2 碱熔铍共沉淀分离

适用于铜、铋、钨、钼、铬、钒高的矿石。其他参见附录 A。

6.4.2.1 将试料(6.1)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 °C 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,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 mL~20 mL 盐酸(4.5),搅拌使沉淀完全溶解,吹洗表面皿,用热水及几滴盐酸洗出坩埚。

注:分离铬时,应赶尽过氧化氢。赶过氧化氢步骤如下:酸化前加入 0.5 mL 钼溶液(4.12),加热煮沸 1 min 即可驱赶尽剩余过氧化氢。

6.4.2.2 往烧杯中加入 4 mL 硫酸铵溶液(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 °C~60 °C,洗去表面皿,立即用滴定管加入氨水(4.9)至铍沉淀出现(铁量高时溶液变红),并过量 2 mL~3 mL(此时总体积约 200 mL,检查 pH9~pH9.5),置于流水中冷却(室温高时,应投入冰块降温)。用中速定性滤纸过滤,用 EDTA 洗液(4.10)洗涤烧杯及沉淀 2 次~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 mL~30 mL 水,5 g 酒石酸(4.2),以下按分析步骤(6.4.1.2~6.4.1.3)进行测定。

## 7 结果计算

锡量用质量分数  $w(\text{Sn})$  计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w(\text{Sn}) = \frac{(V_1 - V_2)f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V_1$ ——滴定试料溶液消耗的碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定空白溶液的消耗碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$f$ ——碘酸钾标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);

$m$ ——试料称取的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

## 8 精密度

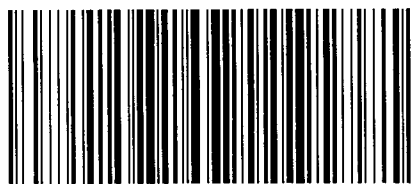
锡矿石中锡量测定结果精密度见表 1。

表 1 精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
0.64~4.51	$r=0.034\ 2+0.011\ 4m$	$R=0.182\ 4+0.026\ 1m$

附 录 A  
(资料性附录)  
标准的有关说明

- A. 1 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,采用铍共沉淀分离。
- A. 2 滴定溶液中各存在 10 mg 砷或锑时,对测定结果影响不大。
- 



GB/T 15924-2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-41054

定价: 14.00 元