



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.6—2004
代替 GB/T 1825—1979

锡精矿化学分析方法 锑量的测定 孔雀绿分光光度法和 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Determination of antimony content—The malachite green spectrometric
method and the flame atomic absorption spectrometric method

2004-02-05 发布

2004-07-01 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

本标准是对 GB/T 1825—1979《锡精矿中铋量的测定(孔雀绿吸光光度法)》的修订。修订的主要内容是:对孔雀绿分光光度法进行了重新确认,只进行编辑性修改,列为方法 1,测定范围:0.005%~0.050%。增加火焰原子吸收光谱法,列为方法 2,测定范围:>0.050%~5.00%。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1825—1979。

本标准中附录 A 是资料性附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由柳州华锡集团有限责任公司起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、广西平桂飞碟公司冶炼厂参加起草。

本标准主要起草人:方法 1:李志芳、钟海珊、陈旭峰。方法 2:陈旭峰、杨柳文、农永萍;

本标准主要验证人:陈建华、李华立、戴玉玲、陈淑莲。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1825—1979。

锡精矿化学分析方法

铈量的测定 孔雀绿分光光度法和火焰原子吸收光谱法

方法 1 孔雀绿分光光度法

1 范围

本标准规定了锡精矿中铈含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中铈含量的测定。测定范围:0.005%~0.050%。

2 方法原理

试料以过氧化钠分解,盐酸酸化,在盐酸介质中,铈的络阴离子与孔雀绿作用,所生成的绿色络合物被甲苯萃取,于分光光度计波长 635 nm 处,测其吸光度。

在萃取溶液中,如三氧化钨大于 0.5 mg,用柠檬酸掩蔽;铜大于 0.1 mg 时,用氨水分离。金、铊严重干扰测定,但锡精矿中含金、铊极微,可不予考虑。

3 试剂

- 3.1 过氧化钠。
- 3.2 柠檬酸。
- 3.3 无水硫酸钠。
- 3.4 甲苯。
- 3.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.6 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。
- 3.7 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.8 盐酸(1+4)。
- 3.9 盐酸(1+9)。
- 3.10 磷酸(1+5)。
- 3.11 氨水(1+1)。
- 3.12 氨水(1+99)。
- 3.13 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加 20 mL 盐酸(3.5),温热溶解,稍冷,用水稀释至 100 mL,加纯锡数粒。
- 3.14 亚硝酸钠溶液(140 g/L)。
- 3.15 尿素溶液(400 g/L)。
- 3.16 孔雀绿溶液(2 g/L)。
- 3.17 铈标准贮存溶液:称取 0.274 2 g 酒石酸铈钾($\text{K}_2\text{SbO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$)置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 盐酸(3.8),搅拌溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(3.8)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铈。
- 3.18 铈标准溶液:移取 25.00 mL 铈标准贮存溶液(3.17)于 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3.8)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铈。