



中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.15—93

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 3,3'-二氨基联苯胺光度法测定硒量

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of selenium content—
3,3'-diaminobenzidine photometric method

1993-05-12 发布

1994-02-01 实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

3,3'-二氨基联苯胺光度法测定硒量

GB/T 14353.15—93

Methods for chemical analysis of
copper ores lead ores and zinc ores—
Determination of selenium content—
3,3'-diaminobenzidine photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中硒含量的测定方法。

本标准适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中硒含量的测定, 测定范围: 2~500 $\mu\text{g/g}$ 。

2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定。

3 方法提要

试料用硝酸-氢氟酸-高氯酸分解, 在盐酸介质中, 以铜盐为接触剂, 经次亚磷酸钠还原, 单体硒与砷共沉淀分离。溶液在 pH 2~3 时, 四价硒与 3,3'-二氨基联苯胺生成深黄色络合物, 在 pH 6~9 时可被苯、甲苯等有机溶剂定量萃取, 于分光光度计上, 波长 420 nm 处, 测量吸光度。

4 试剂

- 4.1 次亚磷酸钠。
- 4.2 无水硫酸钠。
- 4.3 氢氟酸($\rho 1.13 \text{ g/mL}$)。
- 4.4 硝酸($\rho 1.40 \text{ g/mL}$)。
- 4.5 高氯酸($\rho 1.75 \text{ g/mL}$)。
- 4.6 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。
- 4.7 甲苯($\rho 0.863 \text{ g/mL}$)。
- 4.8 盐酸(1+1 V+V)。
- 4.9 盐酸(1+3 V+V)(含 0.5% 次亚磷酸钠)。
- 4.10 硫酸铜溶液(15.6% m/V): 称取 15.6 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 加入 4 mL 去硒硫酸(1+1 V+V), 用水稀释至 100 mL, 搅拌溶解。此溶液 1 mL 含硫酸铜 100 mg(同样可用氯化铜)。
- 4.11 砷酸氢二钠溶液(2.1% m/V): 称取 2.1 g 砷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 溶解于水中, 用水稀释至 100 mL, 摆匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 砷。
- 4.12 溴-溴氨酸混合液: 量取 60 mL 氢溴酸置入 250 mL 容量瓶中, 加入 140 mL 水, 1 mL 溴, 摆动溶解。

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施