

国家市场监督管理总局

 国家标准化管理委员会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

钨精矿化学分析方法 第2部分：锡量的测定

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates
Part 2:Determination of tin content

草案稿

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 63

 **GB/T 6150.2－202X**

 代替GB/T 6150.2-2008

**发 布**

1. 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》的第2部分。GB/T 6150已经发布了以下部分：

—第1部分：三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法；

—第2部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法和电感耦合等离子体发射光谱法；

—第3部分：磷量的测定 磷钼黄分光光度法；

—第4部分：硫量的测定 高频-红外吸收法；

—第5部分：钙量的测定 EDTA容量法和原子吸收光谱法；

—第6部分：湿存水量的测定 重量法；

—第7部分：钽铌量的测定 分光光度法和等离子体发射光谱法；

—第8部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

—第9部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

—第10部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

—第11部分：锌量的测定 焰原子吸收光谱法；

—第12部分：二氧化硅量的测定 硅钼兰分光光度法和重量法；

—第13部分：砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法；

—第14部分：锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法；

—第15部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；

—第16部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；

—第17部分：锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法。

本文件代替GB/T 6150.2-2008《钨精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法》，与GB/T 6150.2-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）修改了检测方法，检测方法由氢化物原子吸收光谱法修改为电感耦合等离子体光谱法（见第5章，2008版的第9章）；

b）修改了方法测定范围，方法1测定范围由0.20%～2.0%修改为1.00%～20.00%（见第1章）；方法1测定范围由0.005%～0.20%修改为0.01 %～2.00 %（见第1章，2008版的第9章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件负责起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1985年首次发布，2008年第1次修订；

——本次为第2次修订。

引 言

钨精矿化学分析方法

第2部分：锡量的测定

**警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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。**

**警示——使用氢氧化钠熔融要求戴眼镜。建议戴手套。溶解熔融物时需加小心。**

1 范围

本文件规定了钨精矿中锡量的测定方法。

本文件适用于钨精矿中锡量的测定。

方法1：碘酸钾滴定法，测定范围（质量分数）：1.00 %～20.00 %。

方法2：电感耦合等离子体发射光谱法，测定范围（质量分数）：0.01 %～2.00 %。

测定范围重叠部分以方法1为仲裁方法。

2 规范性引用文件

3 术语和定义

4 方法1：碘酸钾滴定法

4.1 原理

试料以锌粉**－**氢氧化钠烧结，盐酸浸取，用高锰酸钾将钨氧化成钨酸析出，过滤，使之与锡分离。用铁粉和铝片将锡还原为二价，以淀粉为指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定试液呈浅蓝色为终点。

4.2 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 锌粉。

4.2.2 氢氧化钠。

4.2.3 氯化钠。

4.2.4 高锰酸钾。

4.2.5 还原铁粉。

4.2.6 铝片：*w*（Al）＞99.9 %。

4.2.7 盐酸（ρ l.19 g/mL）。

4.2.8 盐酸（2+1）。

4.2.9 盐酸（3+7）。

4.2.10 饱和碳酸氢钠溶液。

4.2.11 动物胶溶液（10 g/L）:用时现配。

4.2.12 碘化钾-淀粉混合溶液：称取50 g碘化钾，置于500 mL烧杯中，加入250 mL溶解至清亮，称取5 g淀粉，置于500 mL烧杯中，加入200mL沸水，加热煮沸，保温2 min，冷却至室温。将上述两溶液移入500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，储存于棕色瓶中。

4.2.13 锡标准贮存溶液：称取2.000 0 g光谱纯锡粒[*w*（Sn）＞99.95 %]，置于1 000 mL容量瓶中，加200 mL盐酸（4.2.7），于沸水浴上溶解完全，冷却，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锡。

4.2.14 碘酸钾标准溶液。

4.2.14.1 配制：称取0.9 g碘酸钾、4.5 g碘化钾、0.2 g氢氧化钾，置于500 mL烧杯中，加人200 mL水，加热至完全溶解，用玻璃棉将溶液过滤于1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.2.14.2 标定：将按（4.5.3）操作的空白坩埚置于200 mL烧杯中，加入45 mL盐酸（4.2.8），煮沸浸取后，滤入300 mL锥形瓶中，加入10.00 mL锡标准溶液（4.2.13)和20 mL盐酸（4.2.7)，以盐酸（4.2.9)稀释至100 mL，以下按分析步骤（4.5.4.3)进行操作。

 同时做空白试验，其消耗的碘酸钾标准溶液体积应小于0.10 mL。

按式(1)计算碘酸钾标准溶液的浓度*c*（mol/L）。

$c=\frac{ρ\_{0}×V\_{1}}{(V\_{2}-V\_{0})×59.355}$………………… (1)

式中：

*ρ0*——锡标准溶液质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL);

*V0*——空白消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*V1*——移取锡标准溶液溶液的体积，单位为毫升(mL);

*V2*——消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*59.355*——锡（1/2Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) 。

平行标定三份，其极差值不大于1×1 0-7 mol/mL时，取其平均值，否则重新标定。

4.3 仪器设备

 分析天平：感量0.000 1 g。

4.4 样品

4.4.1 样品粒度小于0. 074 mm。

4.4.2 样品预先在105 ℃～110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

称取0.40 g样品，精确至0.000 1 g 。

4.5.2 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料（4.5.1）进行空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于预先垫有1.5 g～2.0 g锌粉(4.2.1)的8 mL或10 mL瓷坩埚中，用圆头小玻璃棒搅匀，以小毛刷轻轻刷下粘于玻璃棒上的试料，加入2 g氢氧化钠(4.2.2)，用约2 g氯化钠(4.2.3)覆盖，将坩埚置于500 ℃高温炉中，待炉温升至600 ℃时，断电，稍冷，取出坩埚，冷却。

4.5.4.2 将坩埚置于200 mL烧杯中，加人45 mL盐酸(4.2.8)，加热使烧结块溶解完全，吹洗表面皿，趁热加入约0.3 g～0.4 g高锰酸钾(4.2.4)，不断搅拌坩埚及溶液，并置于热水浴上保温约5 min，使钨酸全部转化为黄色。加入5 mL动物胶溶液(4.2.11)，再保温5 min，于冷水中冷却至室温，用盐酸(4.2.9)洗净坩埚，以中速滤纸过滤于300 mL锥形瓶中，再用盐酸(4.2.9)洗净烧杯，并洗沉淀5次～6次(控制试液体积约80 mL)，加入20 mL盐酸(4.2.7)。

4.5.4.3 向锥形瓶中加入1 g还原铁粉(4.2.5)，盖上盖氏漏斗，向盖氏漏斗中加入饱和碳酸氢钠溶液，于低温电炉上加热，并不断摇动，待铁粉溶解后，取下再盖氏漏斗，加入2 g铝片(4.2.6)，待剧烈反应后，煮沸至冒大气泡为止。取下，向盖氏漏斗中补加饱和碳酸氢钠溶液，并将锥形瓶放人流水中冷至室温。

4.5.4.4 取下盖氏漏斗，向锥形瓶中加入5 mL碘化钾—淀粉混合液(4.2.12)，迅速用碘酸钾标准溶液(4.2.14)滴定至浅蓝色即为终点。

4.6 试验数据处理

按式（2）计算锡的质量分数 *w*（%）：

$ω(Sn)=\frac{c×(V\_{1}-V\_{0})×59.355}{m}$………………………………………（2）

式中：

*c*——碘酸钾标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol /L);

*V0*——空白消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*V1*——试料消耗碘酸钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL) ;

*m*——试料的质量，单位为克 (g) ;

*59.355*——锡（1/2Sn）的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) 。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按表1数据采用线性内插法求得：

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 重复性限（r）/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |
| 注：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 |

4.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表2所列允许差。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 允许差/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

5 方法2：电感耦合等离子体原子发射光谱法

5.1 原理

试料经锌粉-氢氧化钠烧结，盐酸浸取，钨氧化成钨酸析出，过滤分离钨，以氢氧化钇为载体，用氨水使锡沉淀，与钨、铜和锑等元素分离，用盐酸溶解沉淀，在稀酸介质中，以氩等离子体光源激发，进行光谱测定。测定范围：0.010 %~2.00 %。

5.2 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.2.1 锌粉。

5.2.2 过氧化钠。

5.2.3 氯化钠。

5.2.4 高锰酸钾。

5.2.5 氨水。

5.2.6 盐酸（ρ l.19 g/mL）。

5.2.7 盐酸（2+1）。

5.2.8 氨水洗液（2+98）。

5.2.9 氯化钇溶液（25 g/L）：称取2.500 0 g氧化钇置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2.6），低温加热至溶解完全，取下冷却，溶液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

5.2.10 锡标准贮存溶液：移取10.00 mL锡标准溶液（有证标准物质，1 mg/mL）于100 mL容量瓶中，加入15 mL盐酸（5.2.6），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锡 100 μg。

5.2.11 锡标准溶液：移取10.00 mL锡标准贮存溶液（5.2.10）于100 mL容量瓶中，加入15 mL盐酸（5.2.6），以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锡 10 μg。

5.3 仪器设备

5.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，分辨率<0.006 nm(200 nm处)。

5.3.2 光源：氩等离子体光源。

5.4 样品

5.4.1 试样粒度小于0.074 mm。

5.4.2 试样预先在105 ℃〜110 ℃烘2 h,置于干燥器中冷却至室温。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

按表3称取样品（5.4），精确至0.000 1 g。

表3 样品称取量

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 含量（质量分数）范围/% | 试料/g | 分取体积/mL |
| 0.010～0.40 | 0.50 | 50 |
| ＞0.40～2.00 | 0.50 | 10 |

5.5.2 平行试验
 独立地进行两次测定，取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料（5.5.1）进行空白试验。

5.5.4 分析试液的制备

5.5.4.1 称取试料（5.5.1）于预先垫有2 g锌粉（5.2.1）的10 mL瓷坩埚中，用圆头玻璃棒搅匀，以小毛刷轻轻刷下粘于玻璃棒上的试料，加入2 g氢氧化钠（5.2.2），覆盖2 g氯化钠（5.2.3），将坩埚置于500 ℃高温炉中，待炉温升至600 ℃时，断电，稍冷，取出坩埚，冷却。

5.5.4.2 将坩埚置于200 mL烧杯中，加入45 mL盐酸（5.2.7），加热使烧结块溶解完全，吹洗表面皿，趁热加入0.3 g高锰酸钾（5.2.4），不断搅拌坩埚及溶液，并置于热水浴上保温5 min，使钨酸全部转化为黄色，冷却后，将试液连同沉淀一起移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干滤。

5.5.4.3 按表3分取试液（5.5.4.2）至250 mL烧杯中，加入2 mL氯化钇溶液（5.2.9），滴加氨水（5.2.5）至沉淀不再析出，过量20 mL。加热至略沸，取下，用定量中速滤纸过滤，用热的氨水洗液（5.2.8）洗涤烧杯2次，沉淀3次，再用水各洗涤1次，滤干。

5.5.4.4 将沉淀和滤纸放至原烧杯中，加入15 mL盐酸（5.2.6），捣碎滤纸，加入20 mL水，加热至滤纸呈纸浆状，取下，冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干滤。待测。

5.5.5 系列标准配制

分别移取0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL锡标准溶液（5.2.11），5.00 mL、10.00 mL锡标准贮存溶液（5.2.10）于6个100 mL的容量瓶中，各加入15 mL盐酸（5.2.6），以水稀释至刻度，混匀。

5.5.6 测定

将系列标准溶液（5.5.5）、空白试液（5.5.3）与分析试液（5.5.4）按仪器最佳条件于分析线283.999 nm或189.930 nm处依次进行测定。

5.6 试验数据处理

 按式（3）计算锡的质量分数 *w*（Sn），数值以%表示，

…………………………………（3）

式中：

*ρ1* ——试样溶液中锡的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

*ρ0* ——空白溶液中锡的质量浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

*V0* ——-试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——-分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——-第二次定容体积，单位为毫升（mL）；

*m0* ——试样量，单位为克（g）。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按表4数据采用线性内插法求得：

表4

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 重复性限（r）/% |
|  |  |
|  |  |
| 注：重复性限（r）为2.8×Sr，Sr为重复性标准差。 |

5.8 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表5所列允许差。

表5

|  |  |
| --- | --- |
| 质量分数/% | 允许差/% |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

6 质量保证和控制

分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每月至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

7 试验报告

试验报告应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——使用的标准（包括发布和出版年号）；

——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

1. 附录A

试验精密度数据（待验证单位完成验证试验补充）