

铁矿石化学分析方法 示波极谱法测定锡量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.33—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The oscillographic polarography method for the
determination of tin content

代替GB 1377—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中锡量的测定。测定范围：0.005~0.500%。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

在2.4 mol/l 盐酸-2 mol/l 氯化铵混合底液中，锡在滴汞电极上产生良好的还原波，峰电位为-0.54 V(对饱和甘汞电极)。锡的浓度在0.5~10 μg/ml 范围内，波高与浓度成正比。

试样经过氧化钠熔融分解，以水浸取后，盐酸酸化，在EDTA存在下，试液用氢氧化铵调至pH 8~9，锡生成氢氧化物同氢氧化铍共沉淀与铁、钒、铅、铬、铜、砷、氟及部分硅分离，从而消除了以上元素的干扰。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/ml)。

2.3 氢氧化铵(ρ 0.90 g/ml)。

2.4 盐酸：优级纯，1+1。

2.5 硫酸：优级纯，1+1。

2.6 过氧化氢(3%)。

2.7 硫酸铍溶液：称取39.4 g硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)，用水溶解，加20 ml 硫酸(1+1)，用水稀释至1000 ml，混匀。此溶液1 ml 约含2.00 mg铍。

2.8 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(10%)：称取100 g EDTA 溶于水，加30 ml 氢氧化铵，用水稀释至1000 ml。

2.9 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)洗液(约0.5%，pH 8~9)。

2.10 混合底液(2.4 mol/l 盐酸-2 mol/l 氯化铵)：称取110 g氯化铵溶于水中，加200 ml 盐酸，移入1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.11 明胶(0.5%)：称取0.5 g明胶溶于100 ml 近沸的水中。用时现配。

2.12 锡标准溶液

2.12.1 称取1.0000 g金属锡(99.99%)，置于250 ml 烧杯中，加50 ml 盐酸(2.4)，低温加热溶解完全后，冷却，移入1000 ml 容量瓶中，用盐酸(2.4)稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml 含1000.0 μg锡。

2.12.2 移取100 ml 锡标准溶液(2.12.1)，置于1000 ml 容量瓶中，用盐酸(2.4)稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml 含100.0 μg锡。

3 仪器

示波极谱仪（饱和甘汞电极作阳极）。

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于 $100\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物含量高时，其粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

4.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

5 分析步骤

5.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

5.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

锡 量, %	试 样 量, g
0.005 ~ 0.06	0.5000
0.06 ~ 0.20	0.2000
0.20 ~ 0.50	0.1000

5.3 空白试验

随同试样作空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

5.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

5.5 测定

5.5.1 试样的分解

5.5.1.1 将试样（5.2），置于刚玉坩埚中，加2~3g过氧化钠（2.1），混匀，用约1g过氧化钠（2.1）覆盖。在 700°C 左右熔融5~10min，稍冷，放入盛有50ml水的300ml烧杯中，浸取熔融物。加盐酸（2.4）至氢氧化铁沉淀溶解，用水洗净坩埚。

5.5.1.2 称取试样中二氧化硅量超过120mg时，则将试样（5.2）置于银坩埚中，用3~5ml氢氟酸（2.2）处理1~2次，蒸干，继续在高温处加热约5min，稍冷，加入3~4g氢氧化钠和1g过氧化钠（2.1），在 $650\sim 700^{\circ}\text{C}$ 熔融至红色透明，并保持1min，取下冷却，放入盛有50ml水的300ml烧杯中，浸取熔融物，用水洗出坩埚，加盐酸（2.4）酸化，加35ml EDTA溶液（2.8），10ml 硫酸铍溶液（2.7），以下按5.5.2.2进行。

5.5.2 分离

5.5.2.1 向5.5.1.1的溶液中，加35ml EDTA（2.8）溶液（称样超过规定量，则EDTA溶液用量也需相应增加）、5ml 硫酸铍溶液（2.7）。

5.5.2.2 微热至 40°C 左右，取下〔钛超过20mg，则应加入10ml 过氧化氢（2.6）〕，用氢氧化铵（2.3）中和至溶液呈暗红色，再过量5ml（溶液约 $\text{pH}8\sim 9$ ），流水冷却。用中速滤纸过滤（溶液冷却至室温后才能过滤，否则氢氧化铍沉淀不完全），用EDTA洗液（2.9）洗烧杯4次，洗沉淀7~8次，弃去滤液。

5.5.2.3 用混合底液（2.10）洗烧杯3~4次，并将该洗液移至漏斗中溶解沉淀于50ml容量瓶中〔钛很高时，因加入过氧化氢（2.6），有时溶液呈浅黄色，则须在沸水浴上加热片刻至黄色消退〕，继续用混合底液（2.10）洗滤纸6~8次（如滤纸上仍有白色不溶物，是氧化铝屑，可不必考虑），然后，

向容量瓶中逐滴加入1ml 明胶溶液(2.11),用混合底液(2.10)稀释至刻度,混匀。

5.5.3 测量

5.5.3.1 将部分溶液移入15ml 烧杯中,在起始电位-0.35V 进行测定。

5.5.3.2 测得锡的波高减去随同试样空白的波高后,从工作曲线上求得相应的锡量。

5.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 5.00 ml 锡标准溶液(2.12.2),分别置于6个50 ml 容量瓶中,各加1ml 明胶溶液(2.11),用混合底液(2.10)稀释至刻度,混匀。以下按5.5.3.1进行。用标准锡的波高减去试剂空白的波高后,以锡量为横坐标,波高为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

6.1 按下式计算锡的百分含量:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{m_1}{m \times 10^6} \times 100 \times K$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的锡量, μg ;

m ——试样量, g;

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 得到的换算系数(如使用预干燥试样,则 $K = 1$), A 是按 GB 6730.3 - 86

《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

6.2 分析值的验收

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表2所列的允许差时,则试样分析值有效,否则无效,应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差,不大于表2所列允许差时,则可予以平均,计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时,则应按附录A的规定,进行追加分析和数据处理。

6.3 最终结果的计算:

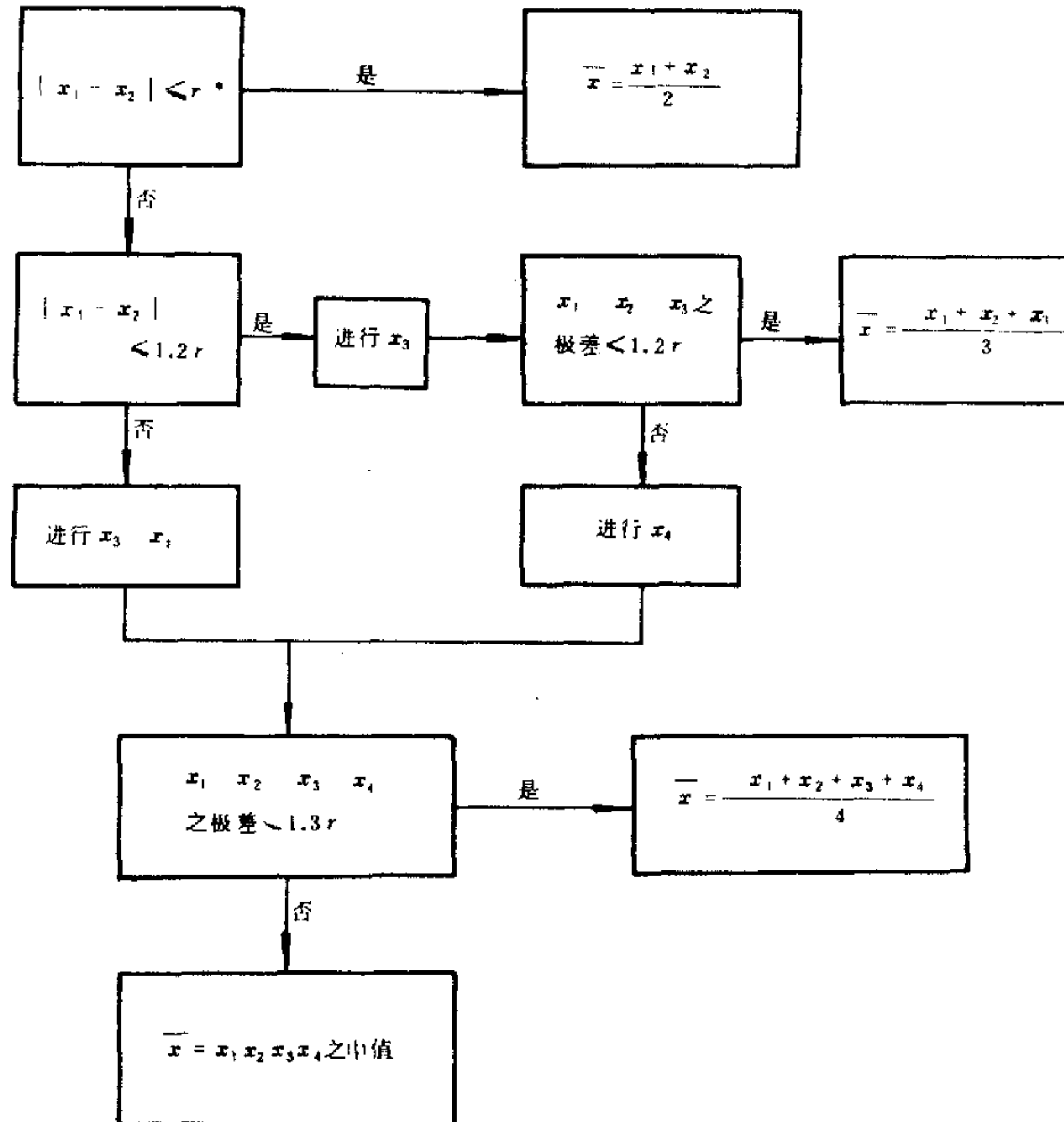
试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第六位,并按数字修约规则的规定修约至小数第四位或第三位。

7 允许差

表 2

锡 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
0.0050 ~ 0.0100	± 0.001	0.0015
>0.010 ~ 0.050	± 0.002	0.003
>0.050 ~ 0.100	± 0.004	0.006
>0.100	± 0.007	0.009

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院起草。

本标准主要起草人黄慕琼。

* r即表 2 中所列允许差。