



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.9—2017
代替 GB/T 1819.9—2004

锡精矿化学分析方法 第 9 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Part 9: Determination of tungsten trioxide content—
The thiocyanate spectrophotometric method

2017-09-29 发布

2018-04-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锡精矿化学分析方法
第 9 部分：三氧化钨量的测定
硫氰酸盐分光光度法
GB/T 1819.9—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2017 年 10 月第一版

*

书号：155066·1-58276

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 1819《锡精矿化学分析方法》分为以下 21 个部分：

- 第 1 部分：水分的测定 热干燥法；
- 第 2 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷铈钼蓝分光光度法和碘滴定法；
- 第 6 部分：铋量的测定 孔雀绿分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铊量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 10 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法和碘酸钾滴定法；
- 第 11 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 12 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氢氧化钠滴定法；
- 第 13 部分：氧化镁、氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 16 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 18 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 21 部分：钙、镁、铜、铅、锌、砷、铋、铊、银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 1819 的第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 1819.9—2004《锡精矿化学分析方法 三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法》。

本部分与 GB/T 1819.9—2004 相比，主要有如下变动：

- 测定范围由原来的“0.020%~25.00%”修改为“0.050%~35.00%”；
- 方法提要中增加了干扰元素的允许量描述；
- 还原剂由三氯化钛-氯化亚锡改为三氯化钛；
- 修改了三氧化钨标准溶液的配制内容；
- “注 1~注 4”内容归并至相应条款；
- 量化了 6.4.2 中的含钙量；
- 增加了 6.4.2 中含氟量高的试样处理方法；
- 工作曲线由原来的 3 条曲线改为 2 条，并对适用范围作了相应调整；
- 对精密度内容进行了修改；
- 增加了“试验报告”条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

GB/T 1819.9—2017

本部分负责起草单位：云南锡业股份有限公司。

本部分起草单位：中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、北京矿冶研究总院、云南锡业集团(控股)有限责任公司、西北有色金属研究院、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人：尹昌慧、王蒋亮、李敏、杨春林、周存款、古行乾、张丽、张红玲、禄妮、李波、佟伶、王立。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 1819.9—2004；

——GB/T 1828—1979。

锡精矿化学分析方法

第9部分：三氧化钨量的测定

硫氰酸盐分光光度法

1 范围

GB/T 1819 的本部分规定了锡精矿中三氧化钨量的测定方法。

本部分适用于锡精矿中三氧化钨量的测定。测定范围：0.050%~35.00%。

2 方法提要

试料以过氧化钠熔融，用水浸出，使钨与大部分金属元素分离。在盐酸介质中，用三氯化钛将钨还原成五价与硫氰酸盐生成黄色络合物，于分光光度计波长 400 nm 处测量其吸光度。

在显色体系中，不大于 40 mg 锡、12 mg 硅、6 mg 铋、3 mg 铅、2 mg 铁、1 mg 铋、1 mg 磷、1 mg 砷、0.5 mg 锰、0.2 mg 氟、0.1 mg 铜不干扰测定。

3 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和二级水。

3.1 过氧化钠。

3.2 氯化铵。

3.3 硫酸联胺。

3.4 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)。

3.5 无水乙醇。

3.6 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

3.7 盐酸(3+2)。

3.8 三氯化钛盐酸溶液：移取 2 mL 三氯化钛溶液(市售，15%)，用盐酸(3.7)稀释至 30 mL，混匀。用时配制。

3.9 氢氧化钠溶液(50 g/L)。

3.10 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。

3.11 三氯化铝溶液(500 g/L)。

3.12 三氧化钨标准溶液 A：称取 0.200 0 g 预先于 800 °C 灼烧 40 min 并于干燥器中冷却至室温的三氧化钨($w_{\text{WO}_3} \geq 99.99\%$)，置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 50 g 氢氧化钠、100 mL 水，微热至溶解完全，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 200 μg 三氧化钨。

3.13 三氧化钨标准溶液 B：移取 20.00 mL 三氧化钨标准溶液 A(3.12)于 100 mL 容量瓶中，用氢氧化钠溶液(3.9)稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 40 μg 三氧化钨。

3.14 铁坩埚：30 mL。