



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.16—93

钨矿石、钼矿石化学分析方法 3,3'-二氨基联苯胺光度法测定硒量

Methods for chemical analysis of tungsten ores
and molybdenum 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

钨矿石、钼矿石化学分析方法 3,3'-二氨基联苯胺光度法测定硒量

GB/T 14352.16—93

Methods for chemical analysis of tungsten ores
and molybdenum ores—Determination of selenium
content—3,3'-diaminobenzidine photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钨矿石、钼矿石中硒含量的测定方法。

本标准适用于钨矿石、钼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-硫酸分解,在盐酸介质中,经次亚磷酸钠还原,单体硒与砷共沉淀分离。溶液在 pH2~3 时,四价硒与 3,3'-二氨基联苯胺生成深黄色络合物,在 pH6~9 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(ρ 1.13 g/mL)。

4.4 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.5 硫酸(1+1 V+V)。

4.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.7 甲苯(ρ 0.863 g/mL)。

4.8 盐酸(1+1 V+V)。

4.9 盐酸(1+3 V+V,含少量次亚磷酸钠)。

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(也可用氯化铜)。

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,摇匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 砷。

4.12 溴-溴氢酸混合液:量取 60 mL 氢溴酸置入 250 mL 容量瓶中,加入 140 mL 水,1 mL 溴,摇动溶解。

4.13 氢溴酸(1+9 V+V)。

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施