



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.9—2004  
代替 GB/T 1828—1979

## 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

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

2004-02-05 发布

2004-07-01 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  
三氧化钨量的测定 硫氰酸盐  
分光光度法

GB/T 1819.9—2004

\*

中国标准出版社出版发行  
北京西城区复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

<http://www.bzcs.com>

电话:63787337、63787447

2004年6月第一版 2005年1月电子版制作

\*

书号:155066·1-20974

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

## 前 言

本标准是对 GB/T 1828—1979《锡精矿中三氧化钨量的测定(硫氰酸盐吸光光度法)》的修订。本标准与 GB/T 1828—1979 相比,主要有如下变动:

- 测定波长由 420 nm 改为 400 nm;
- 显色溶液盐酸浓度、显色剂用量、还原剂用量;
- 系列标准溶液的配制;
- 扩大了测定范围。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1828—1979。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由江西南方稀土高技术股份有限公司起草。

本标准主要起草人:骆建国、邝 静、黎 英。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1828—1979。

# 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

#### 1 范围

本标准规定了锡精矿中三氧化钨含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中三氧化钨含量的测定。测定范围:0.020%~25.00%。

#### 2 方法原理

试料以过氧化钠熔融分解,熔融物用水浸取,使钨与大部分的铁、锰、钙、铜、铋、铌、钽、钴和镍分离,在盐酸介质中,用三氯化钛、氯化亚锡将钨还原为五价并与硫氰酸盐生成黄色的钨酰硫氰酸盐络合物。于分光光度计波长 400 nm 处,测其吸光度。

#### 3 试剂

3.1 过氧化钠。

3.2 氯化铵。

3.3 硫酸联铵。

3.4 乙二胺四乙酸二钠( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ )。

3.5 无水乙醇。

3.6 盐酸( $\rho 1.19\text{ g/mL}$ )。

3.7 三氯化钛溶液(15%)。

3.8 盐酸(3+2)。

3.9 盐酸(2+3)。

3.10 氯化亚锡溶液(20 g/L):称取 10 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),加入 100 mL 盐酸(3.6),微热溶解。待溶液清亮后,移入 500 mL 容量瓶中,加入 200 mL 盐酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

3.11 氯化亚锡溶液(3 g/L):称取 1.5 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),加入 50 mL 盐酸(3.6),微热溶解。待溶液清亮后,移入 500 mL 容量瓶中,加入 150 mL 盐酸(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

3.12 氢氧化钠溶液(48 g/L)。

3.13 硫氰酸钾溶液(350 g/L)。

3.14 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。

3.15 三氯化钛-氯化亚锡混合溶液:移取 2 mL 三氯化钛溶液(3.7)于 50 mL 烧杯中,用氯化亚锡溶液(3.10)稀至 20 mL(用时现配)。

3.16 三氯化钛-氯化亚锡混合溶液:移取 2.5 mL 三氯化钛溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中,用氯化亚锡溶液(3.11)稀释至刻度,混匀(用时现配)。

3.17 三氯化钛溶液(1+14):移取 2 mL 三氯化钛溶液(3.7)于 50 mL 烧杯中,用盐酸(3.9)稀释至 30 mL(用时现配)。

3.18 三氧化钨标准贮存溶液:称取 2.500 0 g 预先在箱式电阻炉中于 800℃灼烧 40 min 的三氧化钨(99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 24 g 氢氧化钠,加水微热溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 三氧化钨。