



中华人民共和国国家标准化指导性技术文件

GB/Z 39124—2020

铅精矿化学分析方法 锑含量的测定 硫酸铈滴定法

Method for chemical analysis of lead concentrates—
Determination of antimony content— $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ titration method

2020-10-11 发布

2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国家标准化指导性技术文件
铅精矿化学分析方法
铋含量的测定
硫酸铈滴定法
GB/Z 39124—2020

*

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.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2020年10月第一版 2020年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-65610 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本指导性技术文件按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本指导性技术文件由中国有色工业协会提出。

本指导性技术文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本指导性技术文件起草单位：中华人民共和国连云港海关、株洲冶炼集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、云南驰宏锌锗股份有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心(安徽)、北矿检测技术有限公司、昆明冶金研究院、河南豫光金铅股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、广东先导稀材股份有限公司、华南理工大学。

本指导性技术文件主要起草人：赵秀荣、王恒、姜郁、秦立俊、乔柱、郑丽霞、师世龙、程林、丁轶聪、陈殿耿、向德磊、周益、刘英波、黄萍、腰木拉、钱俊妃、孙伟嘉、刘春峰、杨伟、吴荣猷、周君玲、张艳峰、栾海光、张力久、戴凤英、禄妮、向清华、朱赞芳、王安迪、王雪菲。

本指导性技术文件仅供参考。有关对本指导性技术文件的建议和意见，向国务院标准化行政主管部门反映。

铅精矿化学分析方法

锑含量的测定

硫酸铈滴定法

1 范围

本指导性技术文件规定了铅精矿中锑含量的测定方法。

本指导性技术文件适用于铅精矿中锑含量的测定。测定范围:0.80%~12.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14262 散装浮选铅精矿取样、制样方法

3 方法提要

试料用硫酸和硝酸溶解,以滤纸炭化后作还原剂将 Sb(V)还原为 Sb(III)。在盐酸介质中,用磷酸掩蔽高价铁,以甲基橙和亚甲基蓝为指示剂,在 80℃~90℃下,用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液突变至亮蓝色(铁高时为黄绿色)为终点。

4 试剂或材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 金属锑($w_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$)。

4.2 硫酸钾。

4.3 滤纸(定量)。

4.4 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。

4.5 磷酸($\rho = 1.70 \text{ g/mL}$)。

4.6 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

4.7 乙醇(95%)。

4.8 盐酸(1+1)。

4.9 硫酸(8+92)。

4.10 硫酸铈标准滴定溶液 $\{c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}] \approx 0.02 \text{ mol/L}\}$:

- 称取 8.08 g 四水合硫酸铈,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 硫酸(4.9)后加热至溶解完全,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(4.9)稀释至刻度,摇匀。
- 称取 0.040 g~0.050 g(精确至 0.000 01 g)金属锑(4.1)于 250 mL 锥形瓶中,同时加入 5 颗~8 颗玻璃珠、15 mL 硫酸(4.4),加热至溶解完全,继续加热至冒硫酸烟 5 min~10 min,取下冷

却,沿瓶壁缓慢加入 35 mL 盐酸(4.8)、15 mL 磷酸(4.5)、40 mL 水,摇匀,煮沸取下,加入 3 滴亚甲基蓝指示剂(4.11)、3 滴甲基橙指示剂(4.12),在保持溶液 80 ℃~90 ℃的温度下,用硫酸铈标准滴定溶液[4.10a)]滴定,滴定至红色褪去时补加 2 滴亚甲基蓝指示剂(4.11)、2 滴甲基橙指示剂(4.12),继续滴定至溶液的红色褪尽突变至亮蓝色为终点。随同标定做空白试验。

硫酸铈标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m_0}{(V_1 - V_0) \times 10^{-3} \times 60.88} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——硫酸铈标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——金属铈量,单位为克(g);

V_0 ——标定时,测定试剂空白所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——标定时,测定铈溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

60.88 ——铈(1/2Sb)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定 4 份,结果保留 4 位有效数字,其极差不大于 4×10^{-5} mol/L 时,取其平均值。否则重新标定。

4.11 亚甲基蓝指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 亚甲基蓝溶于乙醇(4.7),用乙醇(4.7)稀释至 100 mL,混匀。

4.12 甲基橙指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 的甲基橙,溶于 70 ℃的水中,冷却,稀释至 100 mL,混匀。

5 试样

5.1 按 GB/T 14262 规定进行取样和样品制备,其粒度应不大于 100 μm 。

5.2 试样应在 100 ℃~105 ℃烘箱中干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 试验步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验,取两次平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

将试料(6.1)置于 250 mL 锥形瓶中,用少量水润湿,同时加入 5 颗~8 颗玻璃珠、2 g 硫酸钾(4.2)、15 mL 硫酸(4.4),在电炉上加热溶解,冒白烟时逐滴加入硝酸(4.6)至溶液黑色褪去(碳氧化完全),待试料分解完全后,继续加热至冒浓白烟 5 min~10 min,冷却。

用少量水冲洗锥形瓶,继续加热至冒浓白烟,除尽氮的氧化物。于试液中加入 10 cm^2 滤纸(4.3),炭化后,继续加热至溶液的暗红色消失,继续加热 10 min~15 min(控制样液剩余体积约 10 mL),溶液逐渐变为淡黄色,取下,冷却。

沿瓶壁加入 35 mL 盐酸(4.8)、15 mL 磷酸(4.5)、40 mL 水,摇匀,煮沸取下,滴加 3 滴亚甲基蓝指示剂(4.11)、3 滴甲基橙指示剂(4.12),在保持溶液 80 ℃~90 ℃的温度下,用硫酸铈标准滴定溶液

[4.10a)]滴定,滴定至红色褪去时补加 2 滴亚甲基蓝指示剂(4.11)、2 滴甲基橙指示剂(4.12),继续滴定至溶液的红色褪尽突变至亮蓝色(铁高时为黄绿色)为终点。

7 试验数据处理

试料中锑含量用质量分数 w_{Sb} 表示,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{\text{Sb}} = \frac{c \cdot (V_3 - V_2) \times 10^{-3} \times 60.88}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c ——硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - V_3 ——试样溶液所消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - V_2 ——空白试验所消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - m ——试料的质量,单位为克(g);
 - 60.88 ——锑(1/2Sb)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 结果保留至小数点后两位。

8 精密度

8.1 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和外延法求得。

表 1 重复性限

$w_{\text{Sb}}/\%$	0.86	2.06	4.98	7.72	11.42
$r/\%$	0.06	0.09	0.16	0.17	0.26

8.2 再现性

在再现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再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 2 数据采用线性内插法和外延法求得。

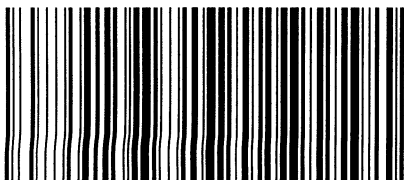
表 2 再现性限

$w_{\text{Sb}}/\%$	0.86	2.06	4.98	7.72	11.42
$R/\%$	0.11	0.18	0.36	0.40	0.45

9 试验报告

- 试验报告至少应给出以下几个方面的内容:
- 试样;

- 本指导性技术文件编号；
 - 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 试验人员及报告审核人；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-



GB/Z 39124—2020

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-65610

定价: 14.00 元

打印日期: 2020年10月26日



库七七 www.kqzw.com 提供下载