



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
铈含量的测定
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.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2020年10月第一版

*

书号: 155066·1-65610

版权专有 侵权必究

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 °C~90 °C 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 $\{c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}] \approx 0.02 \text{ mol/L}\}$:

a) 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。

b) 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