

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 461.3—2013
代替 YS/T 461.3—2003

混合铅锌精矿化学分析方法 第 3 部分：硫量的测定 燃烧-中和滴定法

Methods for chemical analysis of lead and zinc bulk concentrates—
Part 3: The determination of sulfur content—
Combustion-neutralization titrimetric method

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
混合铅锌精矿化学分析方法
第3部分:硫量的测定
燃烧-中和滴定法
YS/T 461.3—2013

*

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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2014年4月第一版

*

书号:155066·2-26748

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 461《混合铅锌精矿化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：铅量与锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 燃烧-中和滴定法；
- 第 4 部分：砷量的测定 碘滴定法；
- 第 5 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：金量与银量的测定 火试金法；
- 第 11 部分：砷、镉、铜、钴、镍、铋量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 461 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 461.3—2003《混合铅锌精矿化学分析方法 硫量的测定 燃烧-中和滴定法》，与 YS/T 461.3—2003 相比，主要变化如下：

- 测定范围从原来的“20.00%~40.00%”变更为“15.00%~38.00%”；
- 修改了示意图中 19、20 两项注解；
- 补充了图 11 中的缓冲瓶；
- 氢氧化钠标准溶液标定的变更；
- 增加了“再现性”条款，删除了“允许差”条款；
- 增加了“试验报告”要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

YS/T 461 负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、白银有色金属集团公司、北京矿冶研究院。

本部分负责起草单位：白银有色金属集团公司。

本部分参加起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿、大冶有色金属集团控股有限公司、西部矿业股份有限公司检验中心、西部矿业股份有限公司锡铁山分公司、陕西东岭冶炼有限公司。

本部分主要起草人：吕彦玲、李育林、孙广燕、巴建荣、廖桂平、江秀智、李日平、冯媛、胡军凯、杨占菊、王永、隆应兰、杜峰、李莉、张海鸥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 461.3—2003。

混合铅锌精矿化学分析方法

第3部分:硫量的测定

燃烧-中和滴定法

1 范围

YS/T 461的本部分规定了混合铅锌精矿中硫含量的测定方法。

本部分适用于混合铅锌精矿中硫含量的测定。测定范围:15.00%~38.00%。

2 方法提要

试料在高温空气流中燃烧,将硫转化为二氧化硫,用过氧化氢吸收并氧化成硫酸,以甲基红-次甲基蓝混合溶液作指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色即为终点,根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算硫的含量。

当氟量大于0.2%时干扰测定。

3 试剂

除非另有说明外,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氢氧化钠。

3.2 变色硅胶。

3.3 铅粉($w_{\text{pb}} \geq 99.99\%$)。

3.4 氧化铜(粉状)。

3.5 过氧化氢(30%)。

3.6 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。

3.7 硫酸(1+1),优级纯。

3.8 硫酸(1+19),优级纯。

3.9 硝酸(1+3),优级纯。

3.10 高锰酸钾-氢氧化钠溶液:取3.0 g高锰酸钾溶于100 mL水中,加入10 g氢氧化钠,溶解后装入洗气瓶中。

3.11 混合指示剂:次甲基蓝溶液(1.6 g/L)和甲基红乙醇溶液(1.2 g/L),使用前按等体积混合。

3.12 过氧化氢吸收液:1 000 mL溶液中含50 mL过氧化氢[30% (质量分数)],加1 mL混合指示剂(3.11),用氢氧化钠标准滴定溶液(3.14)和硫酸(3.8)调至溶液刚呈亮绿色(现用现配)。

3.13 硫酸铅基准试剂的制备:称取20 g铅粉(3.3)于500 mL的烧杯中,加入30 mL硝酸(3.9)溶解,待反应完全后过滤除去悬浮物,加入20 mL硫酸(3.7),沉降2 h后用中速定量滤纸过滤,用蒸馏水洗至中性,在烘箱内烘干,放到瓷坩埚中,于马弗炉780 °C灼烧1 h,取出稍冷放入干燥器中。待室温后取出放入研钵中研磨,再放入马弗炉780 °C灼烧1 h后取出,放入干燥器中作为基准物。

3.14 氢氧化钠标准滴定溶液(约0.1 mol/L)。

3.14.1 配制:取7 mL氢氧化钠溶液(400 g/L)放入1 L的塑料筒中,用煮沸并冷却的蒸馏水稀释至1 L,混匀。

3.14.2 标定:称取0.40 g(精确至0.000 1 g)硫酸铅基准试剂(3.13)于瓷舟中,覆盖0.2 g~0.3 g氧化铜(3.4),按分析方法同时进行标定,记录消耗氢氧化钠的体积。

按式(1)计算氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定系数: