YS/T XXXX.7-201X

ICS 73.060

D 42

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

铜阳极泥分银渣化学分析方法

第7部分：锑量的测定

硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of silver separating residue from copper anode slime—

Part 7: Determination of antimony content—

ceric sulfate method

(预审稿)

前 言

YS/T XXXX-201X 《铜阳极泥分银渣化学分析方法》分为8个部分：

——第1部分: 金量和银量的测定 火试金法；

——第2部分: 铂量和钯量测定 火试金法富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分: 铅量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第4部分: 锡量的测定 碘酸钾滴定法；

——第5部分: 铜量、锑量、铋量、硒量、碲量和锡量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第6部分: 铜量的测定 碘量法；

——第7部分: 锑量的测定 硫酸铈滴定法；

——第8部分: 铋量的测定 Na2EDTA滴定法。

本部分为YS/TXXXX-201X的第7部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术有限公司。

本部分起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分参加起草单位：广东省韶关市质量计量监督检测所、北矿检测技术有限公司、江西铜业股份有限公司、浙江富冶集团有限公司、中条山有色金属集团有限公司、广东先导、广西中检、山东恒邦冶炼股份有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、大冶有色设计研究院有限公司。

本部分主要起草人：

铜阳极泥分银渣化学分析方法

第7部分：锑量的测定

 硫酸铈滴定法

1 范围

本部分规定了铜阳极泥分银渣中锑的测定方法。

本部分适用于铜阳极泥分银渣中锑含量的测定。测定范围:5.00%-28.00%。

2 方法提要

试样用硫酸分解，在硫酸—盐酸介质中，温度80℃**-**90℃条件下，以甲基橙、亚甲基蓝作指示剂，用硫酸铈标准滴定溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水均为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 高纯锑粒：ωSb＞99.99%。

3.2 硫酸钾（分析纯）。

3.3 滤纸（φ11cm）。

3.4 硫酸（ρ= 1.84g/mL）。

3.5 磷酸（ρ= 1.70g/mL）。

3.6 盐酸（ρ= 1.19g/mL）。

3.7 硫酸铈标准溶液：C[Ce(SO4)2·4H2O]=0.030mol/L。

3.7.1 配制：称取12.12 g硫酸铈［Ce（SO4）2·4H2O］置于1 000 mL烧杯中，加入30 mL硫酸(3.4)，搅拌均匀，在电炉上逐渐升温加热溶成糊状，并冒硫酸烟约20 min,取下冷却，加入140 mL硫酸(3.4)，再缓慢加入400 mL水，搅拌溶解至清亮，冷却至室温，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.7.2 标定：称取0.065 0 g金属锑(3.1)，置于500 mL锥形瓶中, 加入5颗～10颗玻璃珠，加入30 mL硫酸（3.4），在高温电炉上溶解清亮后，继续加热至冒硫酸烟5 min～10 min，加入0.5cm2滤纸进行还原至滤纸碳化后溶液的暗红色消失，取下冷却，用少量水吹洗瓶壁，沿瓶壁缓慢加入100 mL水，5 mL磷酸（3.5），摇匀，微沸，取下,沿杯壁缓慢加入30 mL盐酸（3.6），加2滴甲基橙指示剂（3.8），2滴亚甲基蓝指示剂（3.9），在保持溶液80 ℃～90 ℃的温度下用硫酸铈标准滴定溶液（3.7.1）滴至溶液的红色消失，补加2滴甲基橙指示剂（3.8），继续滴定至颜色突变为亮蓝色，即为终点。 （注意：接近终点时应该缓慢滴入标准溶液，并激烈摇动锥形瓶）。随同标定做空白试验。

硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度按公式（1）计算：

　　　 ……………………（1）

式（1）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）；

ｍ0──金属锑量，单位为克（g）；

V1──标定时，滴定锑溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V0──标定时，滴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）；

60.88──锑（1/2Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

平行标定三份，结果保留4位有效数字，其极差值不大于1.5×10-4 mol/L时，取其平均值，否则重新标定。

3.8 甲基橙指示剂（1g/L）：称取0.1 g甲基橙溶于100 mL水中。

3.9亚甲基蓝指示剂（1g/L）：称取0.1 g亚甲基蓝溶于50 mL无水乙醇中，用水稀释至100 mL。

**4 试样**

试样粒度应不大于0.074 mm。试样应在105℃±5℃烘干1h，并置于干燥器中冷到室温备用。

5 分析步骤

5.1 试料

按表1称取试料，精确至0.0001g。

表1 试料量

|  |  |
| --- | --- |
| *ωSb* /% | 试料量 /g |
| 5.0～10.0 | 0.30 |
| 10.00～28.00 | 0.20 |

5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

将试料（4.1）置于500 mL锥形瓶中，用少量水润湿，使试料散开，加入5颗～10颗玻璃珠，加入2 g硫酸钾(3.2)，30 mL硫酸(3.4)，在电炉上加热溶解，待试料分解完全后，继续加热至三氧化硫浓白烟升腾25 min～30 min，取下稍冷。于试液中加入1/8张滤纸（3.3）炭化后，继续加热至溶液的暗红色消失，取下冷却。（此时应剩余15mL～20 mL硫酸）。用少量水吹洗瓶壁，沿瓶壁缓慢加入100mL水，5 mL磷酸（3.5 ），摇匀，微沸溶解盐类，取下, 沿杯壁缓慢加入30 mL盐酸（3.6 ），加2滴甲基橙指示剂（3.8），2滴亚甲基蓝指示剂（3.9），在保持溶液80 ℃～90 ℃的温度下用硫酸铈标准滴定溶液（3.7）滴至溶液的红色消失，补加2滴甲基橙指示剂（3.8），继续滴定至颜色突变为亮蓝色，即为终点。 （注意：接近终点时应该缓慢滴入标准溶液，并激烈摇动锥形瓶）

6 分析结果的计算

锑量以锑的质量分数*w*Sb计，数值以%表示，按公式（2）计算：

——-------------------------------（2）

式中：

*c* —— 硫酸铈铵标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V*2 —— 滴定试料溶液所消耗硫酸铈铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0 —— 滴定空白溶液所消耗硫酸铈铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M* —— 锑（Sb1/2)的摩尔质量，60.88，单位为克每摩尔（g/mol）；

m0 —— 试料的质量，单位为克（g）；

计算结果表示至小数点后两位。

**7 精密度**

7.1 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2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Sb / % |  |  |  |  |  |
| *r*/ % |  |  |  |  |  |

7.2 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3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Sb / % |  |  |  |  |  |
| *R*/ % |  |  |  |  |  |

8 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T xxxx.7-201x）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。