

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

201×-××-××实施

201×-××-××发布

GB/T 8152.15-20XX

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.60

H 13

铅精矿化学分析方法

第15部分：锑量的测定

滴定法

Methods for chemical analysis of lead concentrates

—— Part 15: Determination of antimony content——Titration methods

**（草案）**

**2019-3-20**

前 言

GB/T 8152《铅精矿化学分析方法》分为13个部分:

——第1部分：锌量的测定 铅量的测定 酸溶解-EDTA滴定法；

——第2部分：铅量的测定 硫酸铅沉淀-EDTA返滴定法；

——第3部分：三氧化二铝量的测定 铬天青S分光光度法；

——第4部分：锌量的测定 EDTA滴定法；

——第5部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；

——第6部分：极谱法测定铋量；

——第7部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第8部分：二硫代二安替比林甲烷 分光光度法测定铋量；

——第9部分：氧化镁的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：银量和金量的测定；

——第11部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；

——第12部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第13部分：XXX量的测定 XXX法；

——第14部分：XXX量的测定 XXX法；

——第15部分：锑量的测定 滴定法；

本部分为GB/T 8152的第15部分。

本部分按照GB/T 1.1——2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分负责起草单位：中华人民共和国连云港出入境检验检疫局检验检疫综合技术中心。

本部分起草单位：中华人民共和国连云港出入境检验检疫局检验检疫综合技术中心、株洲冶炼集团质量检测中心。

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、云南驰宏锌锗股份有限公司、国家再生有色金属橡胶塑材料质量监督检验中心、昆明冶金研究院、北京矿院研究测试所、河南豫光锌业有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、西北有色金属研究院检测中心、广东先导稀材股份有限公司、华南理工大学。

本部分主要起草人：xxx、xxx、xxx、…………………。

铅精矿化学分析方法

第15部分：锑量的测定

滴定法

1 范围

本部分规定了铅精矿中锑量的测定方法。

本部分适用于铅精矿中锑含量的测定。测定范围：1.00%-10.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的文件，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 方法原理

试料用硫酸和硝酸溶解样品，以滤纸作还原剂将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

除非另有说明外，所有试剂均为分析纯级试剂，水为符合 GB/T6682规定的三级水。

4.1 金属锑(质量分数≥99.99%)。

4.2 硫酸钾。

4.3 滤纸(定量)。

4.4 硫酸(ρ=1.84 g/mL)。

4.5 磷酸(ρ=1.70 g/mL)。

4.6 硝酸(ρ=1.42 g/mL)。

4.7 乙醇（95%）。

4.8 盐酸(1+1)。

4.9 盐酸(10%)。

4.10 硫酸(8%)。

4.11 硫酸铈标准滴定溶液(0.02 mol/L )

4.11.1 配制

称取8.08 g四水合硫酸铈，置于250 mL烧杯中，用100 mL硫酸(4.10)加热溶解，冷却后，移入1000 mL容量瓶中，用硫酸(4.10)稀释至刻度，摇匀。

4.11.2 标定

称取0.04000 g～0.05000 g金属锑(4.1)于250 mL锥形瓶中，加入适量水润湿，加入5～8颗玻璃珠，加入15 mL硫酸(4.4)，加热溶解清亮后，继续加热至冒硫酸烟5 min～10 min，取下冷却，用少量水吹洗瓶壁，沿瓶壁加入40 mL水、15 mL 磷酸(4.5),摇匀，煮沸取下，加入35 mL 盐酸(4.8)，加入2～3滴亚甲基蓝指示剂(4.13)、2～3滴甲基橙指示剂(4.14)，在保持溶液80 ℃～90 ℃的温度下，用硫酸铈标准滴定溶液(4.11.1)滴定，接近终点时补加2滴亚甲基蓝指示剂(4.13)、2滴甲基橙指示剂(4.14)，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实际浓度按式(1)计算：

…………………………(1) 

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-1）；

*m*0——金属锑量，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，测定锑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 ——为锑（1/2Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g·mol-1）。

4.12 锑标准溶液(1 mg/mL)：称取0.274 g酒石酸锑钾，溶于盐酸（4.9），移入100 mL容量瓶中，用盐酸（4.9）稀释至刻度。

4.13 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。

4.14 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。

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0.074mm。

5.2 试样应在100～105 ℃烘箱中干燥1 h，置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.50 g试样，精确至0.0001g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验

6.4方法步骤

6.4.1 试料的分解

将试料（5.1）置于250 mL锥形瓶中,用少量水润湿，加入5～8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)至溶液黑色退去（碳氧化完全），待试料分解完全后，继续加热至冒浓白烟5～10 min，冷却。

6.4.2 还原

用少量水冲洗锥形瓶，继续加热至冒浓白烟，除尽硝酸。于试液中加入10 cm2滤纸（4.3），炭化后，继续加热至溶液的暗红色消失，继续加热10～15 min，溶液逐渐变为淡黄色，取下，冷却。

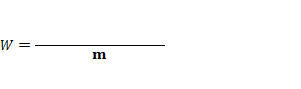
6.4.3 滴定

沿瓶壁加入40 mL水、15 mL 磷酸(4.5)，摇匀，煮沸取下，立即加入35 mL 盐酸(3.7)，滴加2～3滴亚甲基蓝指示剂(4.13)、2～3滴甲基橙指示剂(4.14)，在保持溶液80 ℃～90 ℃的温度下，用硫酸铈标准滴定溶液(4.11.1)滴定，接近终点时补加2滴亚甲基蓝指示剂(4.13)、2滴甲基橙指示剂(4.14)，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。

6.4.4 空白试验

用单标线刻度移液管加入1.00 mL锑标准溶液（4.12），并按照样品的操作步骤6.4.1～6.4.3测定空白试验值。该滴定体积记作（*V*3）,该滴定的空白试验值（*V*4）如下计算：

7 结果表示

试料中锑的百分含量用质量分数表示，数值以%表示，按式（2）计算：

……………………（2）

式中：

——样品中锑的含量，单位为%；

*c* ——硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol·L-1）；

*V*2 ——试样溶液所消耗的硫酸铈标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*4 ——空白试验在6.4.4加锑标准溶液所消耗的硫酸铈标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）；

60.88——为锑（1/2Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g·mol-1）；

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，在表1给定的平均值范围内，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r按表1数据采用线性内插法获得。

表 1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| /% |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性R，超过再现性R的情况不超过5%，再现性R按表2数据采用线性内插法获得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| /% |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |

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；

——使用的标准XXXXX；

——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。