YS/T 1314.7-202X

ICS 73.060

CCS 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

铜冶炼分银渣化学分析方法

第7部分：锑含量的测定

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

(送审稿)

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件是YS/T 1314《铜冶炼分银渣化学分析方法》的第7部分。

YS/T 1314 已经发布了以下部分：

——第1部分: 金和银含量的测定 火试金法；

——第2部分: 铂和钯含量的测定 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: 铅含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第4部分: 锡含量的测定 碘酸钾滴定法；

——第5部分: 铜、锑、铋、硒、碲和锡含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件负责起草单位：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。

本文件起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、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。

本文件主要起草人：左鸿毅、蔡晖 、黄萍 、师世龙

铜冶炼分银渣化学分析方法

第7部分：锑含量的测定

 硫酸铈滴定法

1 范围

本文件规定了铜冶炼分银渣中锑的测定方法。

本文件适用于铜冶炼分银渣中锑含量的测定。测定范围:5.0%-28.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 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。

5 试剂

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规定的二级水。

5.1 硫酸钾（分析纯）。

5.2 滤纸（φ11 cm）。

5.3 硫酸（ρ= 1.84 g/mL）。

5.4 磷酸（ρ= 1.70 g/mL）。

5.5 盐酸（ρ= 1.19 g/mL）。

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

5.6.1 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(5.3)，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(5.3)，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。

5.6.2 标定：称取0.065 0 g金属锑(*w*Sb≥99.99％)，置于500 mL锥形瓶中, 加入5颗～10颗玻璃珠，加入30 mL硫酸（5.3），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（5.4），摇匀，微沸，取下,沿杯壁缓慢加入30 mL盐酸（5.5），加2滴甲基橙指示剂（5.7），2滴亚甲基蓝指示剂（5.8），在保持溶液80 ℃～90 ℃的温度下用硫酸铈标准滴定溶液（5.6.1）滴至溶液的红色消失，补加2滴甲基橙指示剂（5.7），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）；

*ｍ*0──金属锑量，单位为克（g）；

*V*1──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）；

*V*0──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）。

平行标定四份，所得结果保留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。

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

5.8亚甲基蓝指示剂（1 g/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。

6 试样

6.1 试样粒度应不大于96 μm。

6.2 试样应在100℃～105℃烘干2 h，并置于干燥器中冷到室温备用。

7 试验步骤

7.1 试料

按表1称取试料，精确至0.0001g。

表1 试料质量

|  |  |
| --- | --- |
| 锑质量分数 % | 试料量 g |
| 5.0～10.0 | 0.30 |
| >10.00～28.00 | 0.20 |

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

将试料（7.1）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(5.1)，30 mL硫酸(5.3)，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（5.2）炭化后，继续加热至溶液的暗红色消失，如果20分钟内暗红色褪去，补加1/8张滤纸（5.2），继续加热至溶液的暗红色消失，取下冷却，补加硫酸至体积为15mL～20 mL。用少量水吹洗瓶壁，沿瓶壁缓慢加入100mL水，5 mL磷酸（5.4 ），摇匀，微沸溶解盐类，取下, 沿杯壁缓慢加入30 mL盐酸（5.5 ），加2滴甲基橙指示剂（5.7），2滴亚甲基蓝指示剂（5.8），在保持溶液80 ℃～90 ℃的温度下用硫酸铈标准滴定溶液（5.6）滴至溶液的红色消失，补加2滴甲基橙指示剂（5.7），继续滴定至颜色突变为亮蓝色(铜高时终点为蓝绿色)，即为终点。 （注：接近终点时应该缓慢滴入标准溶液，并激烈摇动锥形瓶）

8 试验数据处理

锑含量以锑的质量分数*w*Sb计，数值以百分数表示，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）；

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

*m*0 —— 试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

**9 精密度**

9.1 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 / % | 6.49 | 9.79 | 14.92 | 19.49 | 27.13 |
| *r*/ % | 0.28 | 0.227 | 0.334 | 0.28 | 0.319 |

9.2 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 / % | 6.49 | 9.79 | 14.92 | 19.49 | 27.13 |
| *R*/ % | 0.361 | 0.39 | 0.417 | 0.408 | 0.488 |

10 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的文件（YS/T 1314.7-202x）；

——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。

 \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_