**粗锑化学分析方法**

**第1部分：锑量的测定**

**硫酸铈滴定法**

编 制 说 明

（预审稿）

锡矿山闪星锑业有限责任公司

2021年1月

**粗锑化学分析方法**

**第1部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法**

**编制说明**

**一、 工作简况**

**1、任务来源**

根据工信厅科〔2019〕126号和有色标委[2019]73号《关于转发2019年第二批有色金属国家、行业、协会标准制（修）订项目计划的通知》，其中行业标准《粗锑化学分析方法 第1部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法》（项目编号：2019-0415T-YS）由锡矿山闪星锑业有限责任公司、长沙矿冶研究院、湖南有色金属研究院、安化渣滓溪矿业有限公司、水口山有色金属集团有限公司等单位负责起草，完成年限为2021年。

**2、项目目的和意义**

《粗锑化学分析方法 第1部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法》属新制订项目，与有色行业标准《粗锑》配套。

国内粗锑年产量2万吨以上，主要有间接法火法生产氧化锑形成的底水粗锑、火法处理含金锑精矿形成的含金粗锑以及湿法产出的电解阴极粗锑，这些粗锑含有不同量的金、银，大多销往具有锑金分离工艺的企业，年交易量达1.5万吨以上。

锑属于粗锑中主量和计价元素，目前没有相应的标准检测方法可以遵循。《锑及三氧化物二锑化学分析方法》GB/T3253-2008（2009）中仅有三氧化二锑中三氧化二锑量的测定方法（GB/T3253.8-2009）,锑锭的主含量由减杂质法得到。《锑精矿化学分析方法》中锑量的测定（YS/T556.1-2009）虽然也是用硫酸铈滴定法，但测定范围不同，杂质组成不同，样品处理和五价锑的还原过程及要求不同，因此不能简单采用。

因没有相应的分析方法标准，粗锑贸易时采用各自的方法进行检测，常引发贸易纠纷，也无法找到双方认可的第三方仲裁机构仲裁，因此研究和制定锑量检测分析方法标准，是非常重要和必要的，将带来很好的社会效益。

**3、项目编制组及分工**

标准制订计划任务正式下达后，在全国有色金属标委会2019年10月29日~31日于泰安召开的年度会议上，对《粗锑化学分析方法 第1部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法》行业标准制订进行了任务落实，成立了标准编制组，拟定了工作计划。具体分工为：锡矿山闪星锑业有限责任公司总负责，负责试验方案确定、信息收集、资料汇总分析及执笔；安化渣滓溪矿业有限公司、湖南有色金属研究院、湖南辰州矿业股份有限公司、长沙矿冶研究院有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、水口山有色金属集团有限公司、中金岭南股份有限公司韶关冶炼厂、华南理工大学、贵州分析测试研究院、云南驰宏锌锗股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、昆明冶金研究院、北矿检测技术有限公司、中国检验认证集团广西有限公司**、**紫金铜业有限公司、白银有色集团股份有限公司负责补充信息和标准数据的验证；锡矿山闪星锑业有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司负责提供试验样品。各单位分工合作，共同完成标准的修订工作。

**4、主要工作过程及存在的问题**

根据《粗锑化学分析方法》行业标准制订任务落实确定的思路，计划2020年10进行预审，2021年3月完成终审。总负责单位锡矿山闪星锑业有限责任公司会后立即起动前期工作，公司内成立相应的工作组，收集相关信息，准备2020年春节后按计划开展工作。

但全球流行的新冠疫情打乱了工作计划，使整体工作推迟了四个多月。原定由锡矿山闪星锑业和山东恒邦共同提供试验样品，由于生产工作不正常，8月份才从锡矿山闪星锑业收集到各类粗锑样品，9月进行样品制备及开始方法试验。12月份形成标准《征求意见稿》，也作为《预审稿》。

**二、标准编制原则**

《粗锑化学分析方法 第1部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法》是与有色行业标准《粗锑》配套的新制订标准，结合国外内粗锑的实际生产、贸易情况，满足客户需求，编制原则如下：

1）本标准编制，积极向相关的先进标准靠拢，做到标准的先进性；

2）力求做到标准所规定的方法简便、精密度好、准确度高，以能满足粗锑中锑量的测定要求为基础；

3）本标准是根据GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的。

**三、确定标准主要内容的依据**

1、方法选择

根据硫酸铈滴定法测定锑量的特点，分析流程简单、快速、准确度高、精密度好、适应性强，大量砷、铅及常见的铁、铜、硫、硒、铋、镉等28种杂质不干扰测定。因此采用硫酸铈滴定法测定锑量。

2、测定范围

测定范围主要考虑生产过程（火法冶炼及湿法产出）及覆盖市场上贸易过程粗锑产品的实际含锑量范围，本法选用测定范围：锑的质量分数85.00%～99.00%。

3、称样量及硫酸铈标准滴定溶液浓度的确定

由于粗锑中含锑量（一般85%以上）高的特点，尽可能减少滴定误差的影响。

4、溶样方式

在不同的时间下进行溶样和加纸还原试验，确定溶样时间和加纸还原次数，满足精密度和准确度需求。

5、干扰及消除

粗锑中主要存在的杂质元素有Fe、As、Pb、Cu、Se、Bi、Cd、Au等，考虑《粗锑》标准杂质成份的指标限制，拟定干扰试验及消除，详见试验报告。

6、精密度试验

标准规定的检测范围较窄（85.00%~99.00%），不同样品锑量检测的精密度相差不大，依照分析方法进行重复性试验和再现性试验，计算各精密度试验样品的重复性限和再现性限后，确定本方法的重复性限r和再现性限R。

因准备试验样品的难度大、时间较长，未及时向各验证单位派发，再现性试验未按期进行，再现性试验计划在2021年4月底前全部完成。

**四、标准水平分析（采用国际标准和国外先进标准的程度（IDT、MOD或NEQ）、国际、国外同类标准水平的对比分析）**

没有查到国际标准和国外先进标准。

**五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系**

本标准所规定的内容，与国家法律、法规没有冲突。

**七、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明**

无

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无

**九、标准作为强制性或推荐性标准的建议**

本标准建议不作为强制性标准，而建议作为推荐性标准。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

本标准是新制订的，与在YS/T XXX-XXX《粗锑》配套，适用粗锑中锑量测定。建议相关单位组织专项标准宣贯会进行系统学习。本标准发布后，各企业应积极宣传和贯彻，并立即采用新标准进行分析，服务于粗锑生产和贸易，满足国内、外市场及用户的需要。

**十一、废止现行有关标准的建议**

无

**十二、其他应予说明的事项**

无

**十三、预期效果**

国内粗锑年产量2万吨以上，年交易量达1.5万吨以上，其锑量的分析检测方法受到生产、贸易各方的关注，必须有科学、准确、适用的分析方法标准的技术支持，满足生产、贸易过程锑量检测的需要。

之前没有相应的分析方法标准，粗锑贸易时采用各自的方法进行检测，常引发贸易纠纷，也无法找到双方认可的第三方仲裁机构仲裁，本次制订和推广锑量检测分析方法标准，将促进粗锑贸易市场的繁荣，带来一定的社会效益。

《粗锑化学分析方法 第1部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法》行业标准编制组

2021年1月4日