



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 556.1—2009
代替 YS/T 556.1—2006

锑精矿化学分析方法
第 1 部分：锑量的测定
硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of antimony concentrates—
Part 1: Determination of antimony content—
Cerium sulfate titration method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



前 言

YS/T 556—2009《锑精矿化学分析方法》共有 16 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 5 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法；
- 第 9 部分：金量的测定 火试金法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：锑、锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：锑等金属量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 556 的第 1 部分。

本部分代替 YS/T 556.1—2006《锑精矿化学分析方法 锑量的测定》(原 GB/T 15080.1--1994)。

与 YS/T 556.1—2006 相比,本部分有如下变动：

- 测定上限由 65% 延伸到 70%；
- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：崔德海、宋应球、姚兴娜、廖静波、张威、戴凤英、吴少波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15080.1—1994；
- YS/T 556.1—2006。

锑精矿化学分析方法
第 1 部分：锑量的测定
硫酸铈滴定法

1 范围

YS/T 556 的本部分规定了锑精矿中锑量的测定方法。
本部分适用于锑精矿中锑量的测定。测定范围：5.00%~70.00%。

2 方法提要

试料用硫酸-硫酸钾分解，以滤纸碳化后作还原剂和助溶剂，在盐酸介质中，加磷酸掩蔽高价铁离子，以甲基橙为指示剂，在 80℃~90℃用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液红色消失为终点。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

- 3.1 硫酸钾。
- 3.2 硫酸(ρ1.84 g/mL)。
- 3.3 盐酸(ρ1.19 g/mL)。
- 3.4 过氧化氢(30%)。
- 3.5 磷酸(ρ1.70 g/mL)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 甲基橙指示剂(1 g/L)。
- 3.8 硫酸铈标准滴定溶液[$c_{\text{Ce}(\text{SO}_4)_2}$ 约 0.1 mol/L]。
 - 3.8.1 配制：称取 40.50 g 硫酸铈[$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]，置于 1 000 mL 烧杯中，加入 30 mL 硫酸(3.2)，搅拌均匀，在电炉上逐渐升温加热溶成糊状，并冒硫酸白烟约 20 min，取下冷却，加入 140 mL 硫酸(3.2)，再缓缓加入 400 mL 水，搅拌溶解至清亮，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
 - 3.8.2 标定：称取三份 0.250 0 g 纯锑($w_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$)，分别置于 300 mL 锥形瓶中，以少量水润湿，加入 12 mL 硫酸(3.2)，加热溶解至清亮，取下冷却。以下操作按 5.4.2、5.4.3 进行。

随同标定做空白试验。
按式(1)计算硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的实际浓度：

$$\rho = \frac{m \times 2\,000}{(V_1 - V_0) \times 121.76} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- ρ ——硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
 - m ——金属锑的质量，单位为克(g)；
 - V_1 ——滴定锑消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的体积，单位为毫升(mL)；
 - V_0 ——标定中空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的体积，单位为毫升(mL)；
 - 121.76——锑的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。
- 取三份标定结果的平均值为硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的实际浓度。平行标定所消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)体积的极差值不超过 0.10 mL。

4 试样

- 4.1 试样粒度应小于 0.100 mm。
- 4.2 试样应在 100 ℃~105 ℃烘干 1 h,置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.3 g 试样,精确至 0.000 1 g。

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

随同试样做空白试验。

5.4 测定

- 5.4.1 将试料(5.1)置于 300 mL 锥形瓶中,加入 2 g 硫酸钾(3.1)、50 mL 水、1 mL 过氧化氢(3.4),充分摇匀试样,加入 15 mL 硫酸(3.2),置于电炉上加热,低温蒸干水份,升温驱除大部分硫后,盖上表面皿,在保持溶液微沸的温度下溶解 60 min。取下稍冷,加入约 3 cm² 定性滤纸炭化后,继续加热至溶液的暗红色消失,取下冷却。
- 5.4.2 加入 40 mL 水、30 mL 盐酸(3.6),混匀,加入 10 mL 磷酸(3.5),混匀,煮沸。
- 5.4.3 加入两滴甲基橙指示剂(3.7),在保持溶液 80 ℃~90 ℃的温度下,用硫酸铈标准滴定溶液(3.8)滴至溶液的红色恰好消失,即为终点。

6 分析结果的计算

按式(2)计算铈的质量分数 w_{Sb} ,数值以%表示:

$$w_{Sb} = \frac{c \cdot (V_2 - V_3) \times 121.76}{m_0 \times 2\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c ——硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定试液消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——标定中空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g);
- 121.76——铈的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果应表示至小数点后第二位。

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 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限

$w_{Sb}/\%$	3.86	10.14	30.79	44.76	68.32
$r/\%$	0.09	0.12	0.23	0.31	0.43
注:铈的质量分数为 70.00%时的重复性限按 0.43%计算。					

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 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 再现性限

$w_{Sb}/\%$	3.86	10.14	30.79	44.76	68.32
$R/\%$	0.11	0.15	0.31	0.40	0.50
注:铈的质量分数为 70.00%时的再现性限按 0.50%计算。					

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
锑精矿化学分析方法
第 1 部分:锑量的测定
硫酸铈滴定法
YS/T 556.1—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

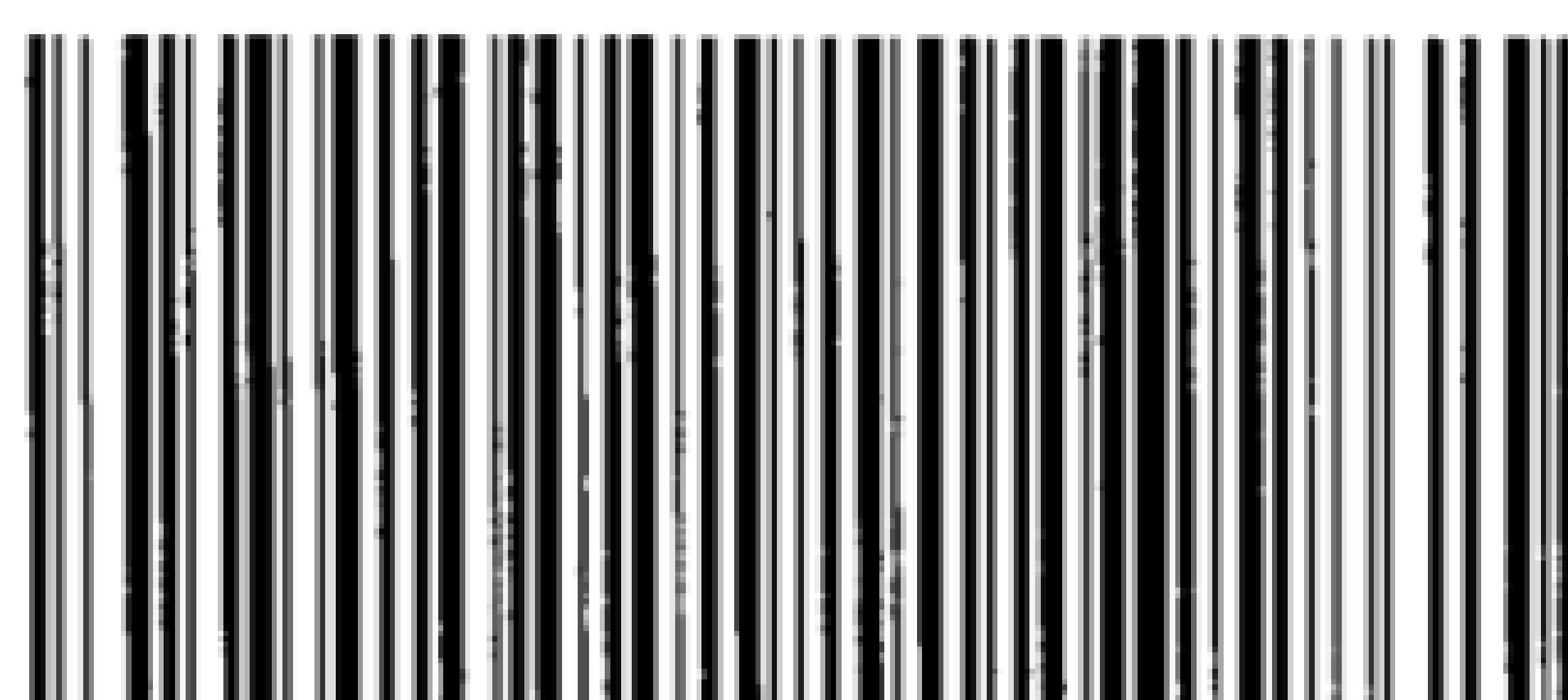
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*

书号:155066·2-20519 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



YS/T 556.1—2009