



中华人民共和国国家标准

GB/T 15925—1995

锑矿石化学分析方法 硫酸铈容量法测定锑量

Method for chemical analysis of antimony ores
—Determination of antimony content
—Cerimetric titration

1995-12-20 发布

1996-08-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

锑矿石化学分析方法 硫酸铈容量法测定锑量

GB/T 15925—1995

Method for chemical analysis of antimony ores
—Determination of antimony content
—Cerimetric titration

1 主题内容与适用范围

本标准规定了锑矿石中锑含量的测定方法。

本标准适用于锑矿石中锑含量的测定,测定范围:0.5%以上。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则,化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 5119.3 粗铅化学分析方法 硫酸铈容量法测定锑量

3 方法提要

试样以硫酸分解,加还原剂将 Sb(V) 还原为 Sb(III) ,在盐酸介质中,以甲基橙为指示剂,用硫酸铈标准溶液滴定锑,锑(III)被硫酸铈氧化为锑(V),籍以计算锑量。

4 试剂

4.1 硫酸钾。

4.2 硫酸肼。

4.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.4 盐酸 $c(\text{HCl})=2.0 \text{ mol/L}$ 。

4.5 硫酸铈标准溶液 [$c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})=0.05 \text{ mol/L}$]:称取 20.2 g 硫酸铈,置于 250 mL 烧杯中,用 100 mL 硫酸溶液(8%)加热溶解,冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸溶液(8%)稀释至刻度,摇匀。

4.6 甲基橙指示剂(1 g/L)(一个月内有有效,终点明显)。

4.7 标定

称取 0.050 0 g~0.100 0 g 金属锑(99.99%)于 250 mL 锥形瓶中,加入少量水润湿,加 15 mL 硫酸(4.3),盖上瓷坩埚盖,加热分解 0.5 h,冷却后,加入 100 mL 盐酸溶液(4.4),将溶液加热至沸,滴入 2 滴甲基橙指示剂(4.6),在不断摇动下,立即用硫酸铈标准溶液滴定至溶液红色消失即为终点,同时标定三份,计算 T 值,其极差值偏差不大于 0.4%,若未达到需重新标定,取算术平均值,并同时空白试验。

国家技术监督局 1995-12-20 批准

1996-08-01 实施

$$T = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中: T ——1 mL 硫酸铈标准溶液相当铈的量, g/mL;

m ——称取纯铈量, g;

V ——滴定时所消耗硫酸铈溶液体积, mL;

V_0 ——滴定时试剂空白所消耗硫酸铈标准溶液的体积, mL。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

含量, %	称样重量, g
>0.5~5	1.000 0±0.001
>5~10	0.500 0±0.000 5
>10~20	0.200 0±0.000 3
>20	0.100 0±0.000 3

5.2 空白试验

随同试料做双份空白试验。

5.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于 250 mL 或 500 mL 锥形瓶中,加入 3 g 硫酸钾(4.1),0.2 g 硫酸肼(4.2),以少量水润湿,摇匀,加入 15 mL 硫酸(4.3)¹⁾,盖上瓷坩埚盖置于电炉上加热,在保持溶液煮沸的温度下分解 0.5 h,取下,冷却。

注: 1) 试样经硫酸分解后,钨和硅等元素均与铈分离,锡石不溶于硫酸,因此不干扰测定。钒(V)在硫酸溶液中长时间蒸发可逐渐转为钒(IV),对测定有影响,钒量允许存在 0.5 mg 以下。

5.4.2 沿壁加入 100 mL 盐酸溶液(4.4),并用少量水冲洗瓷坩埚盖及瓶壁,溶液加热至沸。加入 2 滴甲基橙指示剂(4.6)¹⁾,立即用硫酸铈标准溶液(4.5)滴定至溶液红色消失为终点(硫酸铈滴定三价铈反应较慢,滴定时应控制在 80℃ 以上,使反应速度加快,终点明显)。

注: 1) 加入指示剂前为青黄色,加入指示剂后为玫瑰红色或红橙色,滴定终点为青黄色。试料、标准、空白、溶液所加指示剂用量要一致。

6 分析结果的计算

按式(2)计算铈的含量:

$$W_{\text{sb}}/\% = \frac{(V_1 - V_2) \times T}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_1 ——滴定所消耗硫酸铈标准溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定空白试验(5.2)消耗的硫酸铈标准溶液的体积, mL;

T ——1 mL 硫酸铈标准溶液相当铈的量, g/mL;

m_s ——试料, g。

7 精密度

表 2

含量范围, %	重复性 r	再现性 R
1.78~21.76	$r=0.112\ 8+0.011\ 6\ m$	$R=0.169\ 3+0.021\ 9\ m$

附加说明:

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心技术归口。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人黄会平。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铈矿石化学分析方法
硫酸铈容量法测定铈量
GB/T 15925—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

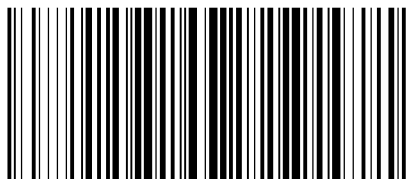
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1996年8月第一版 1996年8月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-12474 定价 8.00 元

*

标 目 288—100



GB/T 15925—1995