

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.3—2012
代替 GB/T 8151.3—2000

锌精矿化学分析方法 第3部分:铁量的测定 Na₂EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—
Part 3: Determination of iron content—
Na₂EDTA titrimetric method

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施



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

前 言

GB/T 8151《锌精矿化学分析方法》分为 20 个部分：

- 第 1 部分：锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法和萃取分离 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法；
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 12 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和苯芴酮分光光度法；
- 第 14 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：铟量的测定 氢氧化物沉淀- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 18 部分：铊量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 19 部分：金和银量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：铜、铅、铁、砷、镉、锑、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 8151 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 8151.3—2000《锌精矿化学分析方法 铁量的测定》。与 GB/T 8151.3—2000 相比，主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度和试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分起草单位：湖南水口山有色金属集团有限公司、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：株洲冶炼集团有限公司、北京矿冶研究总院、巴彦淖尔紫金有色金属有限公司、湖南郴州金贵银业股份有限公司。

本部分主要起草人：曾光明、罗永锋、岳英萍、王艳华、戴琴雯、熊方祥、陈岩、姜求韬、晓华、万有岳、刘伟、段群英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8151.3—1987、GB/T 8151.3—2000。

锌精矿化学分析方法 第3部分:铁量的测定 Na₂EDTA 滴定法

1 范围

GB/T 8151 的本部分规定了锌精矿中铁量的测定方法。

本部分适用于锌精矿中铁量的测定。测定范围:2.00%~20.00%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸低温溶解,蒸至近干。加少量盐酸溶解盐类,加水保持一定体积用氨水沉淀。用盐酸溶解沉淀,控制体积 120 mL 左右,保持温度于 50 ℃~90 ℃,以磺基水杨酸为指示剂,以 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 氯化铵。
- 3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+11)。
- 3.7 氨水(1+1)。
- 3.8 洗液:25 g 氯化铵(3.1)以 500 mL 水溶解,加 20 mL 氨水(3.4),混匀。
- 3.9 磺基水杨酸溶液(100 g/L)。
- 3.10 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液。
 - 3.10.1 配制:称取 20 g Na₂EDTA(C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂·2H₂O)于烧杯中,加 400 mL 左右热水溶解,冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 3 d 后标定。
 - 3.10.2 标定。
 - 3.10.2.1 金属铁丝的预处理:将金属铁丝($w_{Fe} \geq 99.9\%$)截成小段(每段小于 80 mg),放入稀硝酸(1+3)中浸泡 1 min~2 min,取出放在乙醇(无水)中浸泡 1 min~2 min,取出,用滤纸反复吸干后立即称取。
 - 3.10.2.2 标定:称取经预处理的金属铁丝约 0.06 g(精确至 0.000 1 g)分别置于 300 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(1+1),加热溶解后蒸发至近干,加入 10 mL 盐酸(3.2),以水洗表皿及杯壁,再于低温处蒸至近干,用 10 滴左右盐酸(3.2)溶解盐类,加水至约 120 mL,用氨水(3.7)中和至氢氧化铁出现,再加 10 mL 盐酸(3.6),加热至近沸,取下,加入约 1 mL 磺基水杨酸溶液(3.9),用 Na₂EDTA 标准滴定溶液(3.10)滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算 Na₂EDTA 标准滴定溶液的浓度:

$$c = \frac{m_1}{55.85 \times (V_2 - V_1)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c —— Na_2EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);
- m_1 —— 铁丝称取质量,单位为克(g);
- V_2 —— 标定时消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 —— 标时空白试验溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 55.85 —— 铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定 3 份,结果保留 4 位有效数字,其极差值不大于 $2 \times 10^{-7} \text{ mol/mL}$ 时,取其平均值。否则重新标定。

4 试样

- 4.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。
- 4.2 样品预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 1 h,置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料质量

铁质量分数/%	试料质量/g
<5.00	0.50
5.00~20.00	0.20

5.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

- 5.4.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中,以少量水润湿(如果样品中含有较高的二氧化硅,加入 1 g 氟化铵),加入 10 mL 盐酸(3.2)低温溶解 5 min,加 10 mL 硝酸继续加热溶解,低温蒸至近干。加 2 mL~3 mL 盐酸(3.2),用水洗表皿及杯壁,加热溶解盐类,加 4 g~5 g 氯化铵,加水至体积 70 mL~80 mL,以氨水(3.4)中和至氢氧化铁沉淀完全再过量 3 mL,加热煮沸 3 min~5 min 取下,加 3 mL 氨水(3.4),用快速滤纸过滤,用热洗液洗烧杯与滤纸各 4 次,再用水各洗一次。
- 5.4.2 用热盐酸(3.5)溶解沉淀于原烧杯中,然后用水及盐酸(3.5)交替洗至滤纸无色,将溶液放在低温处蒸至 1 mL~2 mL,取下,加水至 120 mL 左右,用氨水(3.7)中和至有氢氧化铁沉淀出现,加 10 mL 盐酸(3.6),加热至近沸,取下,加入约 1 mL 磺基水杨酸溶液(3.9),用 Na_2EDTA 标准滴定溶液(3.10)滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

6 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{Fe} = \frac{c \times 55.85 \times (V_3 - V_0)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- c ——Na₂EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL)；
 - V_3 ——滴定试料溶液消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；
 - V_0 ——滴定空白试验溶液消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；
 - 55.85 ——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)；
 - m ——试料的质量,单位为克(g)。
- 计算结果表示到小数点后 2 位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这 2 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求得。

表 2 重复性限

$w_{Fe}/\%$	1.97	5.08	11.08	16.09	21.57
$r/\%$	0.13	0.17	0.24	0.30	0.35

7.2 再现性

在再现性条件下获得的 2 次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(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求得。

表 3 再现性限

$w_{Fe}/\%$	1.97	5.08	11.08	16.09	21.57
$R/\%$	0.17	0.25	0.30	0.35	0.40

8 试验报告

- 本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：
- 试样；
 - 本部分编号 GB/T 8151.3—2012；
 - 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。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锌精矿化学分析方法
第 3 部分:铁量的测定
Na₂EDTA 滴定法
GB/T 8151.3—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

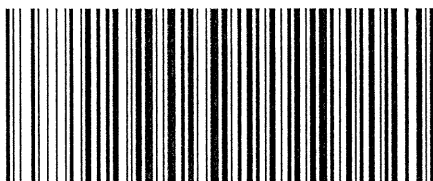
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-47141 定价: 16.00 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)68510107



GB/T 8151.3-2012