



中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.3—2000

锌精矿化学分析方法 铁量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of iron content

2000-02-16 发布

2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

免费标准下载网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

GB/T 8151.3—2000

前 言

本标准是对 GB/T 8151.3—1987《锌精矿化学分析方法 Na₂ EDTA 滴定法测定铁量》的重新确认,只进行编辑性修改。

本标准遵守:

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 8151.3—1987。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由水口山矿务局、葫芦岛锌厂起草。

本标准主要起草人:凌宗干、易家甫、李 飞。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法

铁量的测定

GB/T 8151.3—2000

代替 GB/T 8151.3—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of iron content

1 范围

本标准规定了锌精矿中铁含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中铁含量的测定。测定范围:2%~20%。

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 Na₂ EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

3 试剂

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(Na₂ EDTA)标准滴定溶液

3.10.1 配制:称取 20 g Na₂ EDTA(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,以水稀释至刻度,混匀,放置三天后标定。

3.10.2 标定

3.10.2.1 金属铁丝的预处理:将金属铁丝(\geq 99.9%)截成小段(每段小于 80 mg),放入稀硝酸(1+3)中浸泡 1~2 min,取出放在乙醇(无水)中浸泡 1~2 min,取出,用滤纸反复吸干后立即称取。

3.10.2.2 标定:称取三份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),以水洗烧皿及杯壁,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,用 Na₂ EDTA 标准滴定溶液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 Na_2EDTA 标准滴定溶液对铁的滴定系数:

$$F = \frac{m_1}{V_2 - V_1} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: F —— Na_2EDTA 标准滴定溶液对铁的滴定系数, g/mL;

m_1 ——铁丝称取量, g;

V_2 ——标定时消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——标定时空白试验溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL。

取三次标定结果的平均值为滴定系数。三次标定结果的极差值应不大于 0.000 01 g/mL。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 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 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 称取试料, 精确至 0.000 1 g。

表 1

铁含量, %	试料量, g
<5.00	0.50
5.00~20.00	0.20

独立地进行二次测定, 取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中, 以少量水润湿, 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 2~3 mL 盐酸(3.2), 用水洗表皿及杯壁, 加热溶解盐类, 加 4~5 g 氯化铵, 加水至体积 70~80 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 3~5 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。

5.3.2 用热盐酸(3.5)溶解沉淀(5.2.1)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 1~2 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, 用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

6 分析结果的表述

按式(2)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{F(V_3 - V_0)}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: F —— Na_2EDTA 标准滴定溶液对铁的滴定系数, g/mL;

V_3 ——测定时滴定试料溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——测定时滴定空白试验溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铁 含 量	允 许 差
2.00~6.00	0.20
>6.00~10.00	0.25
>10.00~15.00	0.30
>15.00~20.00	0.35