

ICS 77.120.99
H 66



中华人民共和国国家标准

GB/T 23513.1—2009

GB/T 23513.1—2009

锗精矿化学分析方法 第1部分：锗量的测定 碘酸钾滴定法

Chemical analysis methods for germanium concentrate—
Part 1: Determination of germanium content—Potassium iodate titration

中华人民共和国
国家标准
锗精矿化学分析方法
第1部分：锗量的测定 碘酸钾滴定法
GB/T 23513.1—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
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*
书号：155066·1-37498 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



GB/T 23513.1—2009

2009-04-08 发布

2010-02-01 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

4.1.2 按表1称取试料,精确至0.000 1 g。

4.2 测量次数

独立地进行2次测定,取其平均值。

4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

表1 试料量

锆含量/%	称样量/g
>50	0.20~0.25
>10~50	0.25~0.3
>5~10	0.3~0.4
1~5	>0.5

5 测定

5.1 总锆的测定

5.1.1 方法I(仲裁法)

5.1.1.1 先加入3 g~4 g 氢氧化钠(3.3)于镍坩埚中,放入马弗炉中650℃熔好后冷却,然后按表1称取试料(4.1)于坩埚内,加入3 g~4 g 氢氧化钠(3.3)和无水碳酸钠(3.2)的混合熔剂(1+1)覆盖试料,置于马弗炉中经800℃熔融20 min后,取出冷却至20℃左右。

5.1.1.2 将坩埚放于250 mL烧杯中,加入少量热水浸取,用水洗净坩埚,取出。滴加硫酸(3.12),小心中和至酸性(以酚酞指示)。

5.1.1.3 移至300 mL锥形瓶中,低温加热或补加水使体积为60 mL左右,加入10 mL磷酸(3.8),0.1 g高锰酸钾(3.5)摇匀,冷却。加入50 mL盐酸(3.7)摇匀。

5.1.1.4 取500 mL锥形瓶,加入40 mL磷酸(3.13),10 mL盐酸(3.11),7 g~10 g次亚磷酸钠(3.4)。

5.1.1.5 接好冷凝装置(冷凝液出口)插入500 mL锥形瓶(5.1.1.4)中,加热蒸馏,以3 mL/min的速度蒸至黄色褪去(残留20 mL左右停止蒸馏),取下,用10 mL盐酸(3.11)洗涤两次蒸馏管。

5.1.1.6 取出500 mL锥形瓶,摇匀后,盖上盖氏漏斗,往漏斗中加入碳酸氢钠饱和溶液(3.14),加热至沸,保持15 min取下,冷却至20℃左右。揭去盖氏漏斗,立即加入5 mL淀粉溶液(3.15),用碘酸钾标准溶液(3.16或3.17)滴定至蓝色15 s不褪为终点。

5.1.2 方法II

按表1称取试料(4.1)于300 mL锥形瓶中,加10 mL水,摇匀,加10 mL磷酸(3.8),2 g高锰酸钾(3.5),0.2 g氟化铵(3.6),低温加热分解,保持紫色,如紫色褪去,补加少许高锰酸钾(3.5),直至完全分解出现细微磷酸分解的白烟为止,取下冷却。加入120 mL盐酸(3.10)于锥形瓶内,以下操作同5.1.1.4~5.1.1.6。

5.1.3 方法III

适用于粗二氧化锆等杂质含量较低的试料中锆的测定。

按表1称取试料(4.1)于300 mL锥形瓶中,加10 mL水,摇匀,再加1 g氢氧化钠(3.3)加热溶解完全后,取下,加入80 mL水,35 mL磷酸(3.8),7 g次亚磷酸钠(3.4)摇匀溶解后,盖上盖氏漏斗,以下同5.1.1.6。

5.2 盐酸可溶锆测定

按表1称取试料(4.1)于300 mL锥形瓶中,加入0.1 g高锰酸钾(3.5),盐酸(1+1)80 mL,以下操作同5.1.1.5~5.1.1.6。

前 言

GB/T 23513《锆精矿化学分析方法》分为五部分:

- 第1部分:锆量的测定 碘酸钾滴定法;
- 第2部分:砷量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;
- 第3部分:硫量的测定 硫酸钡重量法;
- 第4部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第5部分:二氧化硅量的测定 重量法。

本部分为第1部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:云南临沧鑫圆锆业股份有限公司。

本部分参加起草单位:中金岭南韶关冶炼厂、湖南怀化市洪江恒昌锆业有限公司、南京锆厂有限责任公司、北京国晶辉红外光学科技有限公司。

本部分主要起草人:包文东、李贺成、普世坤、郑洪、高孟朝、王坚、孙燕。