

ICS 73.060
D 41



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.3—2004
代替 GB/T 1821—1979

GB/T 1819.3—2004

锡精矿化学分析方法 铁量的测定 硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Determination of iron content—The cerium sulfate titrimetric method

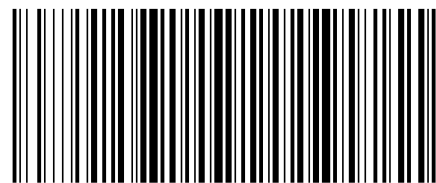
中华人民共和国
国家标准
锡精矿化学分析方法
铁量的测定 硫酸铈滴定法
GB/T 1819.3—2004

*
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.bzchs.com
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 8 千字
2004年6月第一版 2004年6月第一次印刷

*
书号: 155066·1-20968 定价 8.00 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 1819.3—2004

2004-02-05 发布

2004-07-01 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

V_1 ——移取铁标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,滴定金属铁所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——标定时,滴定空白试液所消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

55.845——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定三份,其极差值不大于 1.5×10^{-7} mol/mL 时,取其平均值,否则重新标定。

4 试样

4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

4.2 试样应在 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱中烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

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

铁含量/%	试料/g
0.50~5.00	0.5
>5.00~10.00	0.3
>10.00~20.00	0.2
>20.00~30.00	0.1

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 10 mL 高铝坩埚中,加入 2 g 过氧化钠,用细玻璃棒小心搅匀,并用小片滤纸拭净,投入坩埚,置于已升温至 500°C 的高温炉中,继续升温至 $650^\circ\text{C} \sim 700^\circ\text{C}$,熔融至红色透明,取出坩埚,冷却。

5.4.2 置于 250 mL 烧杯中,用 20 mL 水浸取,待剧烈反应停止后,用硫酸(3.5)中和至酸性,加 5 mL 盐酸,用水洗净坩埚。于低温电炉上加热煮沸。

5.4.3 趁热在摇动下滴加氯化亚锡溶液至浅黄色,吹洗杯壁,加 40 mL 水,加 5 滴钨酸钠溶液,滴加三氯化钛溶液至蓝色出现,再过量两滴,置冷水浴中冷却至室温。

5.4.4 加入 50 mL 硫酸铜-硫酸铵溶液,待蓝色褪去后,放置 10 min,加入 25 mL 硫酸-磷酸溶液,7 滴二苯胺磺酸钠溶液,以硫酸铈标准滴定溶液滴定至稳定紫红色为终点。

6 分析结果的计算

按式(2)计算铁含量 $w(\text{Fe})(\%)$:

$$w(\text{Fe}) = \frac{c(V_s - V_0) \times 55.845}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

V_s ——测定时,滴定试料溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——测定时,滴定空白试验溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

前 言

本标准是对 GB/T 1821—1979《锡精矿中铁量的测定(重铬酸盐容量法)》的修订。修订的主要内容是:采用氯化亚锡、三氯化钛还原—硫酸铈滴定法测定铁量。测定范围:0.50%~30.00%。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1821—1979。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由柳州华锡集团有限责任公司起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、个旧市有色金属加工厂参加起草。

本标准主要起草人:黄旭、颜怀银。

本标准主要验证人:马艳、杨国元、李华民、董玉玲。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 1821—1979。