

表 2 再现性限

$w_{Zn}/\%$	1.27	4.26	7.01	9.97	12.99
$R/\%$	0.14	0.19	0.24	0.27	0.30

8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 使用的标准,GB/T 3884.8—2012；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察的异常现象；
- 试验日期。



中华人民共和国国家标准

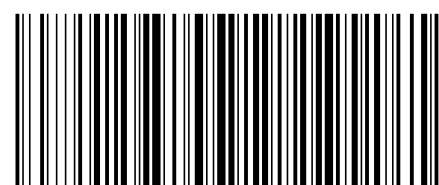
GB/T 3884.8—2012
代替 GB/T 3884.8—2000

铜精矿化学分析方法

第 8 部分：锌量的测定

Na₂EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 8: Determination of zinc content—
Na₂EDTA titration method



GB/T 3884.8—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47163

定价: 14.00 元

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

4~5次,冷却后用水稀释至刻度,混匀。

5.4.3 用中速滤纸干过滤,分取 100 mL 滤液,加入 0.5 g 氟化钾(3.2)和 0.1 g 抗坏血酸(3.3),搅拌使之完全溶解,滴加 3~4 滴二甲酚橙指示剂(3.20),用硫酸(3.7)中和至溶液由微红色转变为黄色,再用氨水(3.12)中和至溶液恰由黄色变为红色。加入 10 mL 硫脲饱和溶液(3.15)和 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.16),用 Na₂EDTA 标准滴定溶液(3.19)滴定至溶液由微红色转变为亮黄色即为终点。

6 分析结果的计算

锌的含量以质量分数 w_{Zn} 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_{Zn} = \frac{c \cdot V_4 \cdot (V_3 - V_0) \cdot M}{m_0 \cdot V_5 \times 1000} \times 100 - w_{Cd} \times 0.5816 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c —— Na₂EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_3 —— 滴定试液所消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 滴定空白试液所消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_4 —— 试液的稀释体积,单位为毫升(mL);
- V_5 —— 分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 —— 试料的质量,单位为克(g);
- M —— 锌的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(Zn) = 65.39$];
- w_{Cd} —— 由 GB/T 3884.6 测得的镉的质量分数;
- 0.5816 —— 镉量换算为锌量的系数。

计算结果表示至小数点后二位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

$w_{Zn}/\%$	1.27	4.26	7.01	9.97	12.99
$r/\%$	0.08	0.13	0.17	0.21	0.25

7.2 再现性

在再现性条件下获得两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限(R),超过再现性(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或外延法求得。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜精矿化学分析方法
第 8 部分:锌量的测定
Na₂EDTA 滴定法
GB/T 3884.8—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 9 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号:155066·1-47163 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)68510107

1 mg 锌。

3.19 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{EDTA}) \approx 0.01 \text{ mol/L}$]。

3.19.1 配制:称取 3.7 g 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA · 2H₂O)于 500 mL 烧杯中,加入 50 mL 热水溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.19.2 标定:移取三份 25.00 mL 锌标准溶液(3.18),分别置于 300 mL 烧杯中,用水稀释至 50 mL,加入 2~3 滴二甲酚橙指示剂(3.20),用氨水(3.12)中和至微红色,加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.16),用 Na₂EDTA 标准滴定溶液(3.19)滴定至溶液由微红色转变为亮黄色,即为终点。

按式(1)计算 Na₂EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{\rho_0 \cdot V_1}{M \cdot V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——Na₂EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

ρ_0 ——锌标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定锌标准溶液所消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——锌的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Zn}) = 65.39$]。

取三次标定结果的平均值。三次标定结果的极差值应不大于 $3 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 。否则,重新标定。

3.20 二甲酚橙指示剂(5 g/L)。

4 试样

4.1 样品粒度应不大于 100 μm 。

4.2 样品应在 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.25 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立地进行二次测定,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,用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.4),盖上表皿,置于电加热板上低温加热 3 min~5 min,取下稍冷。加入 10 mL 硝硫混酸(3.10),加热蒸至近干,取下稍冷。

注:如果试料含炭量较高,可在蒸至冒白烟时,取下稍冷,加入 2 mL~3 mL 高氯酸(3.9),继续蒸至近干,取下稍冷。

5.4.2 加入 4~5 滴硫酸(3.6)和 50 mL 水,煮沸使可溶性盐类溶解,稍冷。加入 10 g 氯化铵(3.1),用氨水(3.11)中和至氢氧化物沉淀出现,并过量 25 mL,加入 5 mL 过硫酸铵溶液(3.14),用水稀释至约 100 mL,煮沸,破坏过剩的过硫酸铵。取下稍冷,移入 250 mL 容量瓶中,用热的洗涤液(3.17)洗涤烧杯

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为 14 部分:

——第 1 部分:铜量的测定 碘量法;

——第 2 部分:金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法;

——第 3 部分:硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法;

——第 4 部分:氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 5 部分:氟量的测定 离子选择电极法;

——第 6 部分:铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 7 部分:铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法;

——第 8 部分:锌量的测定 Na₂EDTA 滴定法;

——第 9 部分:砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法;

——第 10 部分:铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;

——第 11 部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;

——第 12 部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;

——第 13 部分:铜量测定 电解法;

——第 14 部分:金和银量测定 火试金重量法和原子吸收光谱法。

本部分为第 8 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 3884.8—2000《铜精矿化学分析方法 锌量的测定》,与 GB/T 3884.8—2000 相比,主要发生了如下变动:

——对文本格式进行了修改;

——补充了精密度和试验报告条款。

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:大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位:铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分参加起草单位:大冶有色金属集团控股有限公司、中条山有色金属集团有限公司、云南铜业股份有限公司、阳谷祥光铜业有限公司、昆明冶金研究院。

本部分主要起草人:陈小燕、李琴美、邵从和、程浩宇、王俊义、曾静、常翼湘、吴志清、张永中、刘英波、李玉琴、钱玲、沈丽、李瑾、赵晓佩。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 3884.13—1983、GB/T 3884.8—2000。