



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.3—2012
代替 GB/T 3884.3—2000

GB/T 3884.3—2012

铜精矿化学分析方法 第3部分：硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 3: Determination of sulfur content—
Gravimetric method and Combustion-titration method

中华人民共和国
国家标准
铜精矿化学分析方法
第3部分：硫量的测定
重量法和燃烧-滴定法
GB/T 3884.3—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 0.75 字数 15 千字
2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47137 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 3884.3—2012

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

3.5.2 测定

3.5.2.1 将试料(3.5.1)均匀地置于燃烧瓷舟中,加入 0.1 g~0.2 g 铜丝(3.2.1),放入干燥器中。

3.5.2.2 接通电源,将可控硅温度自动控制器按钮置于“手动”位置,分 2~3 次逐渐加大电压,使炉温升至 1 250 ℃~1 300 ℃。将按钮置于“自动”位置。

3.5.2.3 按图 1 连接好装置,开启真空泵,检查装置的气密性。使空气流量为 0.8 L/min~1 L/min,调节气流使过氧化氢吸收液(3.2.5)自动吸入约 100 mL 于一次吸收杯内,滴加氢氧化钠标准滴定溶液(3.2.6)至吸收液呈亮绿色,不计读数。再打开活塞使过氧化氢吸收液(3.2.5)自动流入约 20 mL 于二次吸收杯内,再关闭活塞。

3.5.2.4 用镍铬丝钩将盛有试料的燃烧瓷舟迅速推入燃烧管温度最高处,立即塞紧橡胶塞。进行燃烧吸收。边吸收边用氢氧化钠标准滴定溶液(3.2.6)滴定。

3.5.2.5 待大部分硫燃烧滴定后,打开活塞使二次吸收杯内吸收液自动流入一次吸收杯内,用氢氧化钠标准滴定溶液(3.2.6)滴定至吸收液呈亮绿色,再打开活塞使过氧化氢吸收液(3.2.5)自动流入约 20 mL 于二次吸收杯内,再关闭活塞,进行燃烧吸收。

3.5.2.6 重复 3.5.2.5 操作,直至过氧化氢吸收液(3.2.5)亮绿色不再变紫红为止。记下消耗氢氧化钠标准滴定溶液(3.2.6)的体积。

注:不论使用新旧燃烧管,在开始测定前,均应在 1 250 ℃~1 300 ℃充分燃烧,并预烧 1~2 个试验样品后,方可进行正式试料的测定。

3.6 分析结果的计算

硫的含量以质量分数 w_s 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_s = \frac{c \cdot V_2 \times M}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——测定时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——硫的 1/2 摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(1/2S)=16.03]$;

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后二位。

3.7 精密度

3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的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)按以下表 5 数据采用线性内插法或外延法求得:

表 5 重复性限

| | | | | | |
|----------|-------|-------|-------|-------|-------|
| $w_s/\%$ | 10.00 | 14.18 | 22.96 | 31.72 | 41.80 |
| $r/\%$ | 0.20 | 0.25 | 0.32 | 0.39 | 0.50 |

3.7.2 再现性

在再现性条件下获得的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

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为 14 个部分:

- 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 Na_2EDTA 滴定法;
- 第 8 部分:锌量的测定 Na_2EDTA 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 3 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分代替 GB/T 3884.3—2000《铜精矿化学分析方法 硫量的测定》,与 GB/T 3884.3—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;
- 方法 1 的测定范围由“1.00%~45.00%”调整为“1.00%~42.00%”;
- 方法 2 的测定范围由“10.00%~45.00%”调整为“10.00%~42.00%”。

本部分方法 1 为仲裁方法。

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:江西铜业股份有限公司。

本部分参加起草单位:铜陵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、阳谷祥光铜业有限公司、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分方法一主要起草人:黄春燕、王景、王芙蓉、陈元玲、段春兰、李晓瑜、魏文、冯媛、王晋平、李琴美、张彩枝、张永中、沈丽、李岩、董秀文。

本部分方法二主要起草人:黄春燕、胡续一、张千强、荣莎莎、黄惠珠、刘艳、吴慧、王晋平、张万兴、武红、郭红、张永中、刘君侠、李兴凤、李遵义。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3884.3—1983、GB/T 3884.3—2000。

3.2.3 无水氯化钙。

3.2.4 无水乙醇。

3.2.5 过氧化氢吸收液:取 50 mL 过氧化氢(30%),用水稀释至 1 L。加入 6 mL 甲基红-次甲基蓝混合指示剂(3.2.8),混匀。

3.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})\approx 0.10 \text{ mol/L}$]

3.2.6.1 配制:将氢氧化钠配制成饱和溶液,并在塑料瓶内放置至溶液澄清。吸取 50 mL 上清液,用不含二氧化碳的水稀释至 10 L,混匀。

3.2.6.2 标定:称取三份 0.80 g(精确至 0.000 1 g)预先在 100 °C~105 °C 烘干 2 h 的邻苯二甲酸氢钾(基准试剂),置于 300 mL 锥形瓶中,加 60 mL 不含二氧化碳的热水溶解,加入 2 滴酚酞乙醇溶液(3.2.7),用氢氧化钠标准滴定溶液(3.2.6)滴定至微红色即为终点。

随同标定做空白试验。

按式(2)计算氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m_1 \times 1\,000}{(V_1 - V_0) \cdot M} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V_1 ——滴定邻苯二甲酸氢钾溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=204.2]$ 。

平行标定三份,其极差值不大于 $4 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$,取其平均值,否则重新标定。

3.2.7 酚酞乙醇溶液(10 g/L)。

3.2.8 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:称取 0.12 g 甲基红和 0.10 g 次甲基蓝(两者均需研细)溶于 100 mL 无水乙醇(3.2.4)中。

3.3 仪器和设备

3.3.1 高温管式电炉:最高温度 1 350 °C;常用温度 1 300 °C。

3.3.2 可控硅温度自动控制器(0 °C~1 600 °C)。

3.3.3 旋片式真空泵(30 L/min)。

3.3.4 转子流量计(0 L/min~2 L/min)。

3.3.5 锥形燃烧管:内径 $\phi 21 \text{ mm}$,外径 $\phi 25 \text{ mm}$,总长 600 mm。

3.3.6 燃烧瓷舟:长 88 mm;使用前应在 1 000 °C 预先灼烧 1 h。

3.3.7 硫的测定装置如图 1 所示。

铜精矿化学分析方法 第 3 部分:硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法

1 范围

本方法规定了铜精矿中硫含量的测定方法。

本方法适用于铜精矿中硫含量的测定。方法 1 测定范围:1.00%~42.00%;方法 2 测定范围:10.00%~42.00%。

2 方法 1 重量法

2.1 方法提要

试料在 750 °C 经碳酸钠、氧化锌半熔后,用水溶解可溶物,并用氯化钡沉淀溶液中的硫酸根。沉淀经过滤,灼烧后称重,按硫酸钡的质量计算试料的硫含量。

在被测试料中,小于 5 mg 的氟不干扰测定。

2.2 试剂

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

2.2.1 烧结剂:将一份无水碳酸钠与一份氧化锌混合、研细、混匀。

2.2.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

2.2.3 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

2.2.4 氯化钡溶液(100 g/L),过滤后使用。

2.2.5 硝酸银溶液(10 g/L):每 100 mL 溶液中加入 3~4 滴硝酸(2.2.3)。

2.2.6 甲基橙指示剂(1 g/L)。

2.3 试样

2.3.1 样品粒度应不大于 100 μm 。

2.3.2 样品应在 100 °C~105 °C 烘 1 h,置于干燥器中,冷却至室温。

2.4 分析步骤

2.4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。