

ICS 77.120.99  
H 66



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23513.3—2009

GB/T 23513.3—2009

## 锗精矿化学分析方法 第3部分：硫量的测定 硫酸钡重量法

Chemical analysis methods for germanium concentrate—  
Part 3: Determination of sulfur content—Barium sulfate gravimetry

中华人民共和国  
国家标准  
锗精矿化学分析方法  
第3部分：硫量的测定 硫酸钡重量法  
GB/T 23513.3—2009

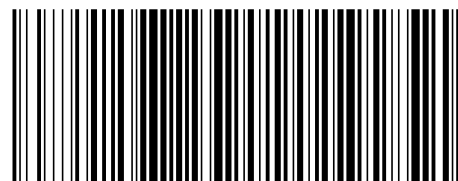
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://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 5千字  
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

书号：155066·1-37500 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 23513.3—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

淀,过量 5 mL,加 1 g 碳酸铵(3.2),加热煮沸,待沉淀凝聚,用快速滤纸过滤,用热水洗涤 7 次~8 次,洗涤液用 400 mL 烧杯盛接。

4.4.3 滤液(4.4.2)加入 4 滴甲基橙指示剂(3.9),用盐酸(3.7)中和并过量 8 mL,摇动 10 min(至无小气泡发生),稀释体积至 250 mL,在搅拌下慢慢加入 10 mL 氯化钡溶液(3.8),加热 5 min,在近沸保温 1 h,用慢速滤纸过滤,用热水洗涤 7 次~8 次。

4.4.4 沉淀连同滤纸移入 30 mL 瓷坩埚中,于电炉上灰化滤纸,置于马弗炉中 750 °C~800 °C 焙烧 30 min,取出,置于干燥器中冷却,称其质量。重复此操作至恒量。

4.5 硫酸根测定

称取试料(4.1),于 300 mL 烧杯中,加入少量水分散试料,加入 40 mL 盐酸(3.4)加热蒸至近干,加 10 mL 盐酸(3.4)重复蒸至近干,加 10 mL 盐酸(3.6),加热,搅拌起杯底附着物,然后加入 30 mL 氯化钠(3.10)溶液,加热至沸,保持 15 min,取下,以下操作同 4.4.2~4.4.4。

5 分析结果的计算

按式(1)计算硫的质量分数:

$$w(S) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1374}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w(S)——硫的质量分数,%;

m<sub>1</sub>——测定总硫称取的硫酸钡质量,单位为克(g);

m<sub>2</sub>——测定硫酸根称取的硫酸钡质量,单位为克(g);

m——测定总硫及硫酸根所称取的相等的试料量,单位为克(g);

0.1374——硫酸钡对硫的换算系数。

6 精密度

6.1 重复性限

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)的情况应不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内标法求得。

表 1 重复性限

硫的质量分数/%	0.61	2.13	9.92
重复性限(r)/%	0.108	0.147	0.231

6.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列的允许差。

表 2 允许差

硫含量/%	允许差/%
>0.50~1.00	0.15
>1.00~2.00	0.20
>2.00~10.00	0.30

7 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

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 3 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。