

铅阳极泥化学分析方法 第4部分：锑量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of lead anode slime—
Part 4: Determination of antimony content—
Flame atomic absorption spectrophotometry and cerium sulfate titrimetric method

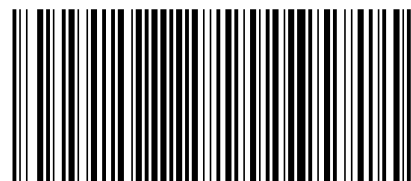
中华人民共和国有色金属
行业标准
铅阳极泥化学分析方法
第4部分：锑量的测定
火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法
YS/T 775.4—2011

*
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 12 千字
2012年6月第一版 2012年6月第一次印刷

*
书号: 155066·2-23662 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



YS/T 775.4—2011

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

表 4 再现性限

$w_{\text{Sb}}/\%$	10.67	23.40	39.00	50.22
$R/\%$	0.50	0.60	0.70	0.80
注：当锡的质量分数为 10.00% 时，再现性限取 0.50%。				

17 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,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次分析过程的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

前 言

YS/T 775—2011《铅阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法;
- 第 2 部分:铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法;
- 第 3 部分:砷量的测定 溴酸钾滴定法;
- 第 4 部分:锑量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法;
- 第 5 部分:金量和银量的测定 火试金重量法;
- 第 6 部分:铜量的测定 碘量法;
- 第 7 部分:砷、铜和硒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分重叠含量范围的仲裁分析采用方法二。

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:陕西东岭冶炼有限公司。

本部分起草单位:北京矿冶研究总院、锡矿山闪星锡业有限公司。

本部分参加起草单位:中金岭南有色金属有限公司韶关冶炼厂、陕西东岭冶炼有限公司、河池市南方有色冶炼有限责任公司、中冶葫芦岛有色金属集团公司、湖南有色金属研究院。

方法一主要起草人:陈殿耿、阴东霞、张威、顾丽、车红芳、罗丹妮。

方法二主要起草人:姚兴娜、宋应球、杨萍、龙小会、黄明山、韦永保、蒙英宁、么苓、刘丽敏、李红、庞文林、邹智。

12 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。

- 12.1 硫酸钾。
- 12.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 12.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 12.4 硫酸(1+1)。
- 12.5 盐酸(1+1)。
- 12.6 甲基橙溶液(1 g/L)。
- 12.7 硫酸铈标准滴定溶液[$c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]。
- 12.7.1 配制:称取 40.50 g 硫酸铈[$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$],置于 1 000 mL 烧杯中,加入 30 mL 硫酸(12.3),搅拌均匀,在电炉上逐渐升温加热溶成糊状,并冒硫酸白烟约 20 min,取下冷却,加入 140 mL 硫酸(12.4),再缓缓加入 400 mL 水,搅拌溶解至清亮,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 12.7.2 标定:称取四份 0.250 0 g 金属铈($w_{\text{sb}} \geq 99.99\%$),分别置于 300 mL 锥形瓶中,以少量水润湿,加入 12 mL 硫酸(12.3),加热溶解至清亮,取下冷却。以下操作按 14.4.2、14.4.3 款进行。

随同标定做空白试验。

按式(2)计算硫酸铈标准滴定溶液(12.7)的物质的量浓度:

$$c = \frac{m \times 2\,000}{(V_1 - V_0) \times 121.76} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c ——硫酸铈标准滴定溶液的物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m ——金属铈的质量,单位为克(g);
- V_1 ——滴定铈消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——标定中空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 121.76 ——铈的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

取四份标定结果的平均值为硫酸铈标准滴定溶液的物质的量浓度。平行标定所消耗硫酸铈标准滴定溶液(12.7)体积的极差值不超过 0.10 mL,否则,重新标定。

13 试样

- 13.1 试样粒度应小于 0.090 mm。
- 13.2 试样应在 100 °C~105 °C 烘干 1 h,置于干燥器中冷却至室温。

14 分析步骤

14.1 试料

称取 0.30 g 试样,精确至 0.000 1 g。

14.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

铅阳极泥化学分析方法

第 4 部分:铈量的测定

方法一 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本方法规定了铅阳极泥中铈量的测定方法。
本方法适用于铅阳极泥中铈量的测定,测定范围为 5.00%~13.00%。

2 方法提要

试料用盐酸和硝酸的混合酸分解,加酒石酸络合铈。在盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 217.6 nm 处,使用空气-乙炔火焰测量铈的吸光度。

3 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。

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.3 盐酸(1+19)。
- 3.4 混合酸:盐酸+硝酸(3+1)。
- 3.5 酒石酸溶液(200 g/L)。
- 3.6 铈标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金属铈($w_{\text{sb}} \geq 99.99\%$),置于 250 mL 烧杯中,加入 5 g 酒石酸和 30 mL 硝酸(3.2),电热板上加热溶解,取下,冷至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。
- 3.7 铈标准溶液:移取 20.00 mL 铈标准贮存溶液(3.6)于 200 mL 容量瓶中,加入 40 mL 盐酸(3.1)、10 mL 酒石酸溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铈。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铈空心阴极灯。
在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标值均可使用。
灵敏度:铈的特征浓度应不大于 0.30 $\mu\text{g/mL}$ 。

精密性:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%,用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.7。