



中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.1—2000

锌精矿化学分析方法 锌 量 的 测 定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of zinc content

2000-02-16 发布

2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准采用两种化学分析方法测定锌精矿中锌含量。方法1“沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法测定锌量”是对 GB/T 8151.1—1987《锌精矿化学分析方法 Na_2EDTA 滴定法测定锌量》的修订,修订的主要内容是 Na_2EDTA 标准滴定溶液的标定,此方法推荐为仲裁方法;方法2“萃取分离 Na_2EDTA 滴定法测定锌量”是非等效采用 ISO 13291:1997《硫化锌精矿—锌含量的测定—萃取分离 Na_2EDTA 滴定法》。

本标准遵守:

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 8151.1—1987。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂起草。

本标准方法1主要起草人:李 飞、周 伟、宿广裕、李景芹;方法2主要起草人:赵秀娟、李 飞。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 锌量的测定

GB/T 8151.1—2000

代替 GB/T 8151.1—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates
—Determination of zinc content

方法 1 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法测定锌量

1 范围

本标准规定了锌精矿中锌含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中锌含量的测定。测定范围：30.00%~60.00%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸和硫酸溶解，沉淀分离铁、锰、铅等共存元素。滤液中加入掩蔽剂掩蔽少量干扰元素。在 pH5~6 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中，以二甲酚橙为指示剂，用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定。测得结果为锌、镉含量，扣除镉量，即为锌量。

3 试剂

- 3.1 氯化铵。
- 3.2 抗坏血酸。
- 3.3 乙酸钠(无水)。
- 3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.6 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 3.7 氨水(ρ 0.90 g/mL)。
- 3.8 乙酸(ρ 1.049 g/mL)。
- 3.9 盐酸(1+1)。
- 3.10 硫酸(1+1)。
- 3.11 硫酸(1+9)。
- 3.12 氨水(1+1)。
- 3.13 洗涤液：2 g 氯化铵(3.1)溶于 100 mL 水中，加 3~4 滴氨水(3.7)，混匀。
- 3.14 过硫酸铵溶液(200 g/L)，当日配制。
- 3.15 氟化钾溶液(200 g/L)，贮于塑料瓶中。
- 3.16 硫代硫酸钠溶液(100 g/L)。
- 3.17 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5)：150 g 乙酸钠(3.3)溶于水中，加入 18 mL 乙酸(3.8)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

- 3.18 铁贮存液(100 g/L):称取 100 g 硫酸铁溶解于 1 000 mL 硫酸(3.11)中。
- 3.19 甲基橙指示剂(0.5 g/L)。
- 3.20 二甲酚橙指示剂(5 g/L),限两周内使用。
- 3.21 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)标准滴定溶液 $[\text{c}(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.05 \text{ mol/L}]$
- 3.21.1 配制:称取 18.6 g 乙二胺四乙酸二钠,加水微热溶解,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。放置三天后标定。
- 3.21.2 标定:称取三份 0.100 0 g 金属锌($\geq 99.99\%$)置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.9),盖上表皿,低温溶解,取下放冷,加入 20 mL 水、1 mL 铁贮存液(3.18),以下按 5.3.2~5.3.5 条进行。

随同标定作空白试验。

按式(1)计算 Na_2EDTA 标准滴定溶液对锌的滴定系数:

$$F = \frac{m_1}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: F —— Na_2EDTA 标准滴定溶液对锌的滴定系数, g/mL;

m_1 ——称取金属锌量, g;

V_1 ——标定时消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——标定时滴定空白试验溶液所消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL。

取三次标定结果的平均值为滴定系数,三次标定结果的极差值应不大于 0.000 005 g/mL。否则,重新标定。

4 试样

- 4.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。
- 4.2 样品预先在 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘 1 h,置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 $0.2 \text{ g} \pm 0.000 1 \text{ g}$ 试料。

独立地进行二次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 400 mL 烧杯中,加少量水湿润,加入 10 mL 盐酸(3.4),加盖表皿低温溶解驱赶硫化氢 5~10 min,加入 5 mL 硝酸至试料分解完全,去表皿。加入 5 mL 硫酸(3.10),继续加热至呈湿盐状[如试料含碳较高,可在蒸至冒白烟时取下,放冷,加入 1~2 mL 高氯酸,继续加热至湿盐状]取下放冷。加入 20 mL 硫酸(3.11),盖上表皿,加热溶解盐类,稍冷,用水吹洗表皿及杯壁,并稀释体积至 60 mL 左右(如溶液中含铁较低,适当补加铁贮存液使溶液中含铁约 20 mg)。

5.3.2 加入 3~5 g 氯化铵、5 mL 过硫酸铵溶液,用氨水(3.7)中和至沉淀完全再过量 10 mL,加热煮沸 1~2 min,趁热用快速定性滤纸过滤,用热的洗涤液洗涤烧杯和沉淀各 2~3 次,滤液保留。

5.3.3 将沉淀用热的洗涤液洗到原沉淀的烧杯中,加入盐酸(3.9)溶解沉淀,加入 5 mL 过硫酸铵溶液,用氨水(3.7)中和至沉淀完全,再过量 10 mL,加热煮沸 1~2 min,取下,经原滤纸过滤于保留液的烧杯中,用热的洗涤液洗涤烧杯和沉淀各 3~4 次。

5.3.4 将滤液(5.3.3)煮沸并浓缩至体积约 100 mL,彻底破坏过剩的过硫酸铵,取下放冷。

5.3.5 加入 0.1 g 抗坏血酸、1 滴甲基橙指示剂,用氨水(3.12)和盐酸(3.9)调至溶液恰变红色,加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、5 mL 氟化钾溶液、10 mL 硫代硫酸钠溶液,混匀。滴加 2 滴二甲酚橙指

示剂,用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点。

6 分析结果的表述

按式(2)计算锌的百分含量:

$$\text{Zn}(\%) = \frac{F(V_3 - V_2)}{m_0} \times 100 - \text{Cd}\% \times 0.5816 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: F —— Na_2EDTA 标准滴定溶液对锌的滴定系数, g/mL;

V_3 ——试液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g;

0.5816——镉量换算为锌量的系数;

$\text{Cd}\%$ ——由 GB/T 8151.8 测得的镉的百分数。

所得结果表示至二位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

锌 含 量	允 许 差
30.00~40.00	0.45
>40.00~50.00	0.50
>50.00~60.00	0.60

方法 2 萃取分离 Na_2EDTA 滴定法测定锌量

8 范围

本标准规定了硫化锌精矿中锌含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中锌含量的测定。测定范围 11.00%~62.00%。

9 方法提要

试料用液溴和硝酸溶解,部分不溶的残渣用氢氟酸和高氯酸溶解,用硫脲和柠檬酸盐掩蔽杂质元素,复杂的锌化合物用甲基异戊酮萃取与杂质分离,滴定前用碘离子掩蔽镉,当钴含量大于 0.05%时,需萃取分离,在溶液 pH5.5 时用 Na_2EDTA 滴定法测定锌。

10 试剂

10.1 液溴。

10.2 甲基异戊酮。

10.3 无水乙醇。

10.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

10.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

10.6 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

10.7 高氯酸(ρ 1.54 g/mL)。

10.8 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

10.9 盐酸(1+4)。

10.10 氟化钠溶液(20 g/L)。

10.11 硫脲溶液(100 g/L)。

10.12 碘化钾溶液(1 000 g/L)。

10.13 掩蔽剂:将 60 g 硫脲、100 g 柠檬酸氢二铵、200 g 硫氰酸铵溶解在水中并稀释到 1 000 mL,必要时需过滤。

10.14 缓冲溶液:将 250 g 环六次亚甲基四胺(乌洛托品)溶解在水中,加入 60 mL 乙酸(ρ 1.049 g/mL),然后稀释至 1 000 mL。

10.15 铁贮存溶液(45 g/L):将 45 g 硝酸铁[$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$]溶解在水中并稀释至 1 000 mL。

10.16 二甲酚橙(10 g/L):将 1.0 g 二甲酚橙与 99.0 g 硝酸钾晶体混合均匀,用杵在陶瓷器皿中研磨,当颜色一致时认为混合均匀。

10.17 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)标准滴定溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.05 \text{ mol/L}$]

10.17.1 配制:称取 18.6 g 乙二胺四乙酸二钠,加水微热溶解,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。放置三天后标定。

10.17.2 标定:在 0.25~1.625 g 范围内称取三份金属锌($\geq 99.99\%$)(质量大小应与试料中锌的含量相近,误差为 $\pm 0.0001 \text{ g}$),放在三个不同的 300 mL 锥形瓶中,记下质量 m_1 、 m_2 、 m_3 ,加入 15 mL 水、15 mL 硝酸(3.3)、5 mL 铁贮存溶液(3.15),锌溶解后煮沸,放出二氧化氮气体,冷却后以水稀释至 500 mL,以下按 12.3.2~12.3.3 条进行,记下消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积为 V_1 、 V_2 、 V_3 ,计算 Na_2EDTA 标准滴定溶液对锌的滴定系数。对于每个烧杯适用于式(3):

$$F_n = m_n/V_n, n = 1 \sim 3 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: F —— Na_2EDTA 标准滴定溶液对锌的滴定系数, g/mL;

V ——标定时消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m ——金属锌的质量, g。

平行标定三份,若 F_1 、 F_2 、 F_3 的变化范围超过 0.000 01 g/mL,则需重复标定,否则按式(4)计算平均滴定系数:

$$F = (F_1 + F_2 + F_3)/3 \quad \dots\dots\dots (4)$$

11 试样

11.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

11.2 样品预先在 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘 1 h,置于干燥器中冷至室温。

12 分析步骤

12.1 试料

称取 $2.5 \text{ g} \pm 0.0001 \text{ g}$ 试料。

独立地进行二次测定,取其平均值。

12.2 空白试验

随同试料做空白试验。

12.3 测定

12.3.1 将试料(12.1)置于 300 mL 细颈锥形瓶中,用 20 mL 水湿润,加 2~3 mL 液溴,在室温下反应 15 min,并不时地摇动,加入 15 mL 硝酸,再放置 15 min,将锥形瓶放入电炉盘上加热,煮沸赶走溴蒸气,冷却后加 100 mL 水,加热煮沸,冷却。若试料溶解完全,将试液移入到 500 mL 容量瓶中,彻底清洗锥形瓶,用水稀释至刻度;否则用中速滤纸将溶液过滤到 500 mL 容量瓶中,用水洗涤滤纸上的不溶物,将过滤后的不溶物置于 25 mL 铂坩埚中,然后放进 800°C 马弗炉中进行灰化,再加 2 mL 氢氟酸、5 mL

高氯酸,加热直至放出高氯酸浓烟,冷却,加 25 mL 水稀释,若出现硫酸铅沉淀物,需过滤,将滤液转移到上述容量瓶中,清洗滤纸,滤液进容量瓶,然后用水稀释至刻度。

12.3.2 移取 50.00 mL 溶液(12.3.1)至 250 mL 分液漏斗中,滴加氨水直至有少量浑浊产生,加入 5 mL 稀盐酸(10.9)、50 mL 掩蔽剂,充分混匀,再加入 80 mL 甲基异戊酮,然后振荡 1 min,待物相分离,缓慢地将下层液放入另一分液漏斗中,加入 20 mL 甲基异戊酮,进行第二次萃取,待物相分离,弃去水相,合并两次有机相,放入 500 mL 烧杯中,分别向两个分液漏斗中加入 1 mL 稀盐酸(10.9)和 70 mL 乙醇,彻底振荡后将两个漏斗中的液体放入上述烧杯中。

12.3.3 依次加入 10 mL 氟化钠溶液、10 mL 硫脲溶液、20 mL 缓冲溶液、5 mL 碘化钾溶液、0.1 g 二甲酚橙,用 Na_2EDTA 标准滴定溶液,滴定溶液颜色由红色变为黄色为终点,记下消耗的体积数 V_4 。

13 分析结果的表述

按式(5)计算锌的百分含量:

$$\text{Zn}(\%) = \frac{F(V_4 - V_0)}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: F —— Na_2EDTA 标准滴定溶液对锌的滴定系数, g/mL;

V_4 ——滴定试液时消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试料时消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。

14 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于式(6)所规定允许差 P :

$$P = 2.8 \times (S_L + S_r/2) \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: $S_L = 0.0016u_{1.2} + 0.0539$ (S_L 即不同实验室标准偏差);

$S_r = 0.0008u_{1.2} + 0.0382$ (S_r 即同一实验室标准偏差);

$u_{1.2} = (u_1 + u_2)/2$ ($u_{1.2}$ 即最终结果平均值)。