

UDC 622.344.1:543.06  
D 41



# 中华人民共和国国家标准

GB 8152.1 ~ 8152.8—87

---

## 铅 精 矿 化 学 分 析 方 法

Methods for chemical analysis of lead concentrates

1987-08-10发布

1988-06-01实施

---

国 家 标 准 局 发 布

铅精矿化学分析方法  
 $\text{Na}_2\text{EDTA}$  容量法测定锌量

UDC 622.344.1  
:543.06

GB 8152.2—87

Methods for chemical analysis of lead concentrates  
The  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  volumetric method for the  
determination of zinc content

本标准适用于铅精矿中锌量的测定。测定范围：1%~10%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

## 1 方法提要

试样用氯酸钾饱和的硝酸分解，硫酸冒烟沉淀分离铅，在氧化剂存在下的氨性溶液中分离铁、锰、铋等干扰元素，加掩蔽剂硫代硫酸钠、氟化铵消除铜、铝的干扰。以二甲酚橙为指示剂，于pH5.5~6.0用 $\text{Na}_2\text{EDTA}$ 标准溶液进行滴定。由消耗的 $\text{Na}_2\text{EDTA}$ 标准溶液体积计算锌量。

铅精矿中含镉很低，其影响可忽略不计。

## 2 试剂

- 2.1 抗坏血酸。
  - 2.2 氟化铵。
  - 2.3 氯化铵。
  - 2.4 过硫酸铵。
  - 2.5 氯酸钾饱和的硝酸。
  - 2.6 硫酸（1+1）。
  - 2.7 硫酸（2+98）。
  - 2.8 氨水（ $\rho 0.90\text{g/ml}$ ）。
  - 2.9 氨水（1+1）。
  - 2.10 洗涤液：将25g氯化铵溶于475ml水中，加入25ml氨水（2.8），混匀。
  - 2.11 缓冲溶液（pH5.5）：将375g无水乙酸钠溶于水中，加入50ml冰乙酸，用水稀释至2500ml，混匀。
  - 2.12 二甲酚橙指示剂（0.1%）。限两周内使用。
  - 2.13 硫代硫酸钠溶液（20%）。
  - 2.14 乙二胺四乙酸二钠（ $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ）标准溶液 [ $\text{C}(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \approx 0.02000\text{mol/L}$ ]：称取7g  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ 于300ml烧杯中，加水微热溶解，冷至室温。移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 标定：称取三份0.0600g金属锌（99.99%）分别置于500ml三角烧杯中，加10ml盐酸（1+1），于电热板上微热溶解，并蒸至约2ml，取下冷却。用水吹洗表皿及杯壁，加水至120ml，加3~4滴二甲酚橙指示剂（2.12），用氨水（2.9）中和至溶液呈紫红色，加入20ml缓冲溶液（2.11），用 $\text{Na}_2\text{EDTA}$ 标准溶液（2.14）滴定至溶液由紫红色转变成亮黄色为终点。

按下式计算 $\text{Na}_2\text{EDTA}$ 标准溶液对锌的滴定度：

GB 8152.2—87

|             |       | % |
|-------------|-------|---|
| 锌 量         | 允 许 差 |   |
| 1.00~2.00   | 0.12  |   |
| >2.00~3.00  | 0.16  |   |
| >3.00~5.00  | 0.20  |   |
| >5.00~8.00  | 0.25  |   |
| >8.00~10.00 | 0.30  |   |

附加说明:

本标准由北京矿冶研究总院技术归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由株洲冶炼厂起草。

本标准主要起草人张丽萍、黄友苏。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 495—75《铅精矿化学分析方法》作废。

$$T = \frac{m_1}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液对锌的滴定度，g/ml；

$m_1$ ——称取锌量，g；

$V_1$ ——滴定消耗的Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液的体积，ml。

取三份标定结果的平均值。三份标定结果的极差值应不大于0.000006g/ml。

### 3 试样

3.1 试样粒度小于0.100mm。

3.2 试样在100~105℃烘1h，置于干燥器中冷至室温。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试样量

称取0.3000g 试样。

#### 4.2 测定

4.2.1 将试样(4.1)置于300ml烧杯中，用少量水润湿，加15ml氯酸钾饱和的硝酸(2.5)，盖上表皿，置于电热板上加热至试样完全溶解，取下冷却。加入7ml硫酸(2.6)，加热蒸至冒浓白烟，取下冷却。用少量水吹洗表皿及杯壁，加水至40ml，加热煮沸10min使可溶性盐类溶解，取下放置30min。

4.2.2 用中速定量滤纸过滤于300ml烧杯中。用硫酸(2.7)洗涤烧杯三次、沉淀四次，用水洗烧杯及沉淀各一次，弃去沉淀。

4.2.3 滤液中加入3~5g氯化铵(2.3)，用氨水(2.8)中和至氢氧化物沉淀完全并过量5~10ml，加入0.3~0.5g过硫酸铵(2.4)，加热煮沸约10min破坏过剩的过硫酸铵，取下。

4.2.4 趁热用快速定性滤纸过滤，用热的洗涤液(2.10)洗涤烧杯2次、沉淀6~8次，弃去沉淀。

4.2.5 将滤液摇匀，加热蒸至体积约100ml，取下冷至室温。

4.2.6 试液中加入0.2g氟化铵(2.2)、0.1g抗坏血酸(2.1)，加入硫代硫酸钠溶液(2.13)至溶液蓝色消失，再过量3ml，摇匀。加3~4滴二甲酚橙指示剂(2.12)，用硫酸(2.6)中和至溶液由紫红色变为黄色，再用氨水(2.9)中和至溶液由黄色变为紫红色。加入20ml缓冲溶液(2.11)，加水至150ml左右，用Na<sub>2</sub>EDTA标准溶液(2.14)滴定至溶液由紫红色转变为亮黄色即为终点。

### 5 分析结果的计算

按下式计算锌的百分含量：

$$\text{Zn}(\%) = \frac{T \cdot V_2}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：T——Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液对锌的滴定度，g/ml；

$V_2$ ——滴定消耗的Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液的体积，ml；

$m_2$ ——试样量，g。

分析结果表示到小数点后第二位。

### 6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铅 精 矿 化 学 分 析 方 法  
GB 8152.1~8152.8—87

\*

中国标准出版社出版  
(北京复外三里河)  
中国标准出版社北京印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售  
版权专有 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 52 000  
1988年3月第一版 1988年3月第一次印刷  
印数 1—2 500

\*

书号: 15169·1-5475 定价 0.95 元

\*

标 目 86—41