

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

中华人民共和国国家标准

铅精矿化学分析方法
铬天青S分光光度法测定
三氧化二铝量

UDC 622.344.1
:543.06

GB 8152.3—87

Methods for chemical analysis of lead concentrates
The chromazurol S spectrophotometric
method for the determination of
aluminium (Ⅲ) oxide content

本标准适用于铅精矿中三氧化二铝量的测定。测定范围：1%~5%。

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

试样用氢氧化钠熔融，以水浸取，使铝与主体元素铅及其他元素分离，趁热加入乙醇使高价锰还原成不溶物除去。在微酸性溶液中，铝与铬天青S生成络合物，于分光光度计波长567.5 nm处测量其吸光度。按标准曲线法计算三氧化二铝的量。

铜、铁干扰分别用硫脲、抗坏血酸掩蔽。

2 试剂

2.1 氢氧化钠。

2.2 氢氧化钠溶液（10%）。

2.3 盐酸（ ρ 1.19g/ml）。

2.4 盐酸（1+1）。

2.5 盐酸（1+3）。

2.6 乙醇（95%）。

2.7 抗坏血酸溶液（1%）。用时现配。

2.8 硫脲溶液（2%）。

2.9 酚酞指示剂（0.1%）。用乙醇配制。

2.10 铬天青S溶液（0.1%）：称取0.1g铬天青S溶于10ml乙醇，用水稀释至100ml。

2.11 乙酸钠（无水）溶液（25%）。

2.12 铝标准贮存溶液：称取0.5000g金属铝（99.9%）于300ml烧杯中，加入30ml盐酸（2.4）、1ml过氧化氢（30%），盖上表皿，于电热板上加热至完全溶解，取下冷至室温。移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1mg铝。

2.13 铝标准溶液：移取10.00ml铝标准贮存溶液（2.12）于1000ml容量瓶中，用盐酸（2+98）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10 μ g铝。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

4.1 试样粒度小于0.100mm。

4.2 试样在100~105℃烘1h，置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

三氧化二铝量, %	试样量, g	分取试液体积, ml
1.00~1.50	0.1000	5.00
1.50~2.50	0.1000	3.00
2.50~5.00	0.1000	2.00

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于盛有3g氢氧化钠(2.1)的30ml银坩埚中，在上面覆盖3g氢氧化钠(2.1)，于电炉上加热10min后，移入预先升温至650℃的高温箱式电炉中，熔融15min(中间摇动一次)，取出稍冷。

5.3.2 在200ml聚四氟乙烯塑料烧杯中，用沸水浸取，洗净坩埚，趁热加入5ml乙醇(2.6)，冷至室温。

5.3.3 移入200ml塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用中速滤纸干过滤于另一聚四氟乙烯烧杯中。

5.3.4 按表1分取试液于50ml容量瓶中〔如分取的试液中含氟量大于10μg，将其置于100ml烧杯中，加3ml盐酸(2.3)蒸至恰干，重复一次。加5滴盐酸(2.4)润湿，以少量水吹洗杯壁，加热溶解，移入50ml容量瓶中〕。

5.3.5 加水至15ml，加1滴酚酞指示剂(2.9)，用盐酸(2.4)中和至红色近褪，再用盐酸(2.5)调至无色，并过量4滴。

5.3.6 加入2ml抗坏血酸溶液(2.7)、2ml硫脲溶液(2.8)，混匀。加入3ml铬天青S溶液(2.10)，混匀。加入4ml乙酸钠溶液(2.11)，用水稀释至刻度，混匀。

5.3.7 将部分试液移入0.5cm比色皿中，以随同试样的空白为参比，于分光光度计波长567.5nm处，测其吸光度。从工作曲线上查出相应的铝量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0、0.50、1.00、2.00、3.00ml铝标准溶液(2.13)于一组50ml比色管中，用水稀释至15ml，加1滴酚酞指示剂(2.9)，用氢氧化钠溶液(2.2)中和至红色，用盐酸(2.4)中和至红色近褪，再用盐酸(2.5)调至无色并过量4滴。以下按5.3.6款进行。将部分溶液移入0.5cm比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长567.5nm处测量其吸光度。以铝量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算三氧化二铝的百分含量：

$$\text{Al}_2\text{O}_3 (\%) = \frac{V \cdot m_1 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 1.889 \times 100$$

式中：\$m_1\$——自工作曲线上查得的铝量，\$\mu\text{g}\$；

\$V\$——试液总体积，\$\text{ml}\$；

\$V_1\$——分取试液体积，\$\text{ml}\$；

\$m\$——试样量，\$\text{g}\$；

1.889——铝换算为三氧化二铝的因数。

分析结果表示到小数点后第二位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

三氧化二铝量	允 许 差
1.00 ~ 2.00	0.20
2.00 ~ 3.00	0.30
3.00 ~ 5.00	0.50

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。

本标准主要起草人方开珑、周安康、贺杏金。

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