|  |  |
| --- | --- |
| ICS |  |
| CCS | 点击此处添加CCS号 |

|  |
| --- |
| 43 |

湖南省地方标准

DB 43/T XXXX—XXXX

高锑铅化学分析方法 锑含量的测定

硫酸铈滴定法和自动电位滴定法

Methods for chemical analysis of antimony-rich lead — Determination of antimony content ceric sulfate titration and automatic potentiometric titration

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

湖南省有色金属标准化技术委员会  发布

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由郴州市产商品质量监督检验所提出。

本文件由湖南省有色金属标准化技术委员会归口。

本文件方法一起草单位：郴州市产商品质量监督检验所、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、锡矿山闪星锑业有限责任公司、湖南辰州矿业有限责任公司、株洲冶炼集团股份有限公司

本文件方法一主要起草人：肖刘萍、杨华东、李娅歆、谢丽芳、周姣连

本文件方法二起草单位：郴州市产商品质量监督检验所、

本文件方法二主要起草人：杨华东、李娅歆、谢磊、肖刘萍、周姣连

高锑铅化学分析方法 锑含量的测定 硫酸铈滴定法和自动电位滴定法

* 1. 范围

本部分规定了高锑铅中锑量的测定方法。

本部分适用于高锑铅中锑量的测定。测定范围均为：8.00 %～50.00 %。

* 1. 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 方法提要

试料经硝酸-酒石酸溶解，先用硫酸碳化酒石酸，后用硝酸除碳，以硫酸联胺作还原剂将五价锑还原为三价。在盐酸介质中，加磷酸掩蔽高价铁离子，以甲基橙为指示剂，在80℃～90℃用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液的红色褪尽，即为终点。

3.2 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。

3.2.1 硫酸联胺。

3.2.2 酒石酸。

3.2.3 盐酸（*ρ*1.19g/mL）。

3.2.4 硫酸（*ρ*1.84g/mL）。

3.2.5 硝酸（*ρ*1.42g/mL）。

3.2.6 磷酸（*ρ*1.70g/mL）。

3.2.7 盐酸（1+1）。

3.2.8 硫酸（1+1）。

3.2.9 硝酸（1+3）。

3.2.10 硝酸（5+95）。

3.2.11 溶样酸（200g/L）：称取200g酒石酸（3.2.2），溶于1000mL硝酸（3.2.9）中。

3.2.12 硫酸铈标准滴定溶液（约0.05mol/L）。

3.2.12.1 配制：称取25g硫酸铈［Ce（SO4）2・4H2O］，置于1000mL烧杯中，加人30mL硫酸（3.2.4），搅拌均匀，在电炉上逐渐升温加热溶成糊状，冒硫酸白烟约20min，取下冷却，加入280mL硫酸（3.2.8），再缓缓加入400mL水，搅拌溶解至清亮，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.2.12.2 标定：称取0.10g金属锑（wSb≥99.99%），精确至0.0001g，置于300 mL锥形瓶中, 加入12 mL硫酸（3.2.4），加热溶解清亮后，继续加热至冒浓白烟5 min～10 min，取下冷却。用少量水吹洗瓶壁，沿瓶壁缓慢加入40mL水、40mL盐酸（3.2.7）、）5mL磷酸（3.2.6），摇匀，煮沸取下，滴加2滴甲基橙指示剂（3.2.13），在保持溶液80 ℃～90 ℃的温度下，用硫酸铈标准滴定溶液（3.2.12.1）滴至溶液的红色褪尽为终点。随同标定做空白试验。

按式（1）计算硫酸铈标准滴定溶液（3.2.12）的实际浓度：

………………………………………（1）

式中：

*c*——硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*0——金属锑的质量，单位为克（g）；

*V*1——滴定锑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）；

60.88——锑（1/2Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

平行标定四份，其极差值不大于2×10-4mol/L时，取其平均值，否则重新标定。

3.2.13 甲基橙指示剂（1g/L）：称取0.1 g甲基橙溶于100 mL水中，现配现用。

3.3 仪器和设备

电子天平：精度0.1mg。

3.4 试样

将钻取的试样用多功能粉碎机处理，加工成粉状试样，用磁铁除去加工时带入的铁屑，破碎时加入少许无水酒精，防止过热氧化，试样然后过0.425mm筛，筛上、筛下分别称重后，备用。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

称取2.00g试样，精确至0.0001g。

3.5.2 平行试验

平行做两份试验。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 测定

3.5.4.1将试料（4.5.1）置于300mL烧杯中，加入100mL溶样酸（3.2.11），加热至试样分解完全，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却。用硝酸（3.2.10）冲洗杯壁和表面皿，用硝酸（3.2.10）将试液转移至200mL容量瓶中，定容，摇匀。

3.5.4.2移取20.00mL试液置于500mL锥形瓶中，用少量水吹洗瓶壁，加入25ml硫酸（3.2.4），摇匀，置于电炉上先低温蒸干水分，再高温加热至酒石酸碳化，逐滴加入硝酸（3.2.5）至碳氧化完全，继续加热至冒浓白烟5min~10min（浓烟集中在锥形瓶上部），取下冷却。

4.5.4.3 用少量水吹洗瓶壁（硝酸易挂壁），继续加热至冒浓白烟5min~10min（浓烟集中在锥形瓶上部），除尽硝酸，取下冷却。

4.5.4.4加入0.6g硫酸联胺（3.2.1），用少量水吹洗瓶壁（冲洗可能沾在壁上的硫酸联胺），加热至锥形瓶口以下无白烟，取下冷却。

4.5.4.5沿瓶壁缓慢加入40mL水、40mL盐酸（3.2.7）、5mL磷酸（3.2.6），摇匀，煮沸取下，滴加2滴甲基橙指示剂（3.2.13），在保持溶液80 ℃～90 ℃的温度下，用硫酸铈标准滴定溶液（3.2.12.1）滴定，近终点时再滴加2滴甲基橙指示剂（3.2.13），继续滴定至溶液的红色褪尽，即为终点。

3.6 分析结果的计算

按式（2）计算锑的质量分数WSb，数值以%表示：

……………………………（2

*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）；

*V*2——滴定试液所消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*3——滴定空白溶液所消耗硫酸铈标准滴定液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*4——试样定容体积，单位为毫升（mL）；

60.88——锑（1/2Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*V*5——试样分取体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示至小数点后两位。

3.7 精密度

3.7.1 重复性

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*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按以下表1数据采用线性内插法或外延法求得：

表1重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sb/% |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |

3.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Sb/% |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |

3.8 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准及方法；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

