

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 461.2—2003

混合铅锌精矿化学分析方法 铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法

The methods for chemical analysis of lead and zinc bulk concentrates
—The determination of iron content—The Na_2EDTA
titrimetric method

2003-12-29 发布

2004-05-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前　　言

本标准是新制定的标准。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司负责起草。

本标准由凡口铅锌矿起草。

本标准由白银有色金属公司、韶关冶炼厂参加起草。

本标准主要起草人：颜斌、刘红卫。

本标准主要验证人：封学玲、韦文辉、林叶、母正彬。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

混合铅锌精矿化学分析方法

铁量的测定

Na₂EDTA 滴定法

1 范围

本标准规定了混合铅锌精矿中铁含量的测定方法。

本标准适用于混合铅锌精矿中铁含量的测定。测定范围:2.00%~20.00%。

2 方法原理

试料用盐酸、硝酸溶解,低温蒸干除去硝酸。用盐酸溶解盐类,加氨水使铁沉淀为氢氧化铁,过滤,分离共存元素。用稀盐酸溶解沉淀并调节酸度,在微沸条件下,以磺基水杨酸为指示剂,以 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。根据消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积计算铁的含量。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 氯化铵。

3.1.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.1.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.1.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 盐酸(1+10)。

3.2.3 氨水(1+1)。

3.2.4 氯化铵洗液:25 g 氯化铵(3.1.1)以 500 mL 水溶解,加 20 mL 氨水(3.1.4),混匀。

3.3 标准滴定溶液

3.3.1 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准滴定溶液

3.3.1.1 配制:称取 10 g Na₂EDTA(C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂·2H₂O)于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,加热溶解完全,冷却至室温,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。

3.3.1.2 标定

3.3.1.2.1 金属铁丝的预处理:将金属铁丝(\geqslant 99.99%)剪成小段,放入盐酸(3.2.1)中微热浸 2 min,取出后用水洗涤 3 次,放入无水乙醇中浸泡 2 min,取出,用滤纸反复吸干后立即称取。

3.3.1.2.2 标定:称取 0.040 g(精确至 0.000 1 g)经预处理的金属铁丝于 300 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 10 mL 硝酸(3.1.3),盖上表面皿,加热溶解完全并低温蒸至近干,加 10 mL 盐酸(3.1.2),用水吹洗表面皿及杯壁,再低温加热蒸至近干,加 2 mL 盐酸(3.2.1)溶解盐类,加水至 120 mL,用氨水(3.1.4)中和至红棕色氢氧化铁沉淀刚刚出现,再加 8 mL 盐酸(3.2.2),加热至近沸,取下,加 1 mL 磺基水杨酸指示剂(3.4.1),用 Na₂EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。随同标定做空白试验。

按式(1)计算乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度: