

ICS 77.060
D 42



中华人民共和国国家标准

GB/T 8152.4—2006
代替 GB/T 8152.2—1987

铅精矿化学分析方法 锌量的测定 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of lead concentrates
—Determination of zinc content
—EDTA titration method

2006-08-24 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前　　言

GB/T 8152—2006《铅精矿化学分析方法》共有 10 个部分：

- GB/T 8152.1 铅精矿化学分析方法 铅量的测定 酸溶解 EDTA 滴定法；
- GB/T 8152.2 铅精矿化学分析方法 铅量的测定 硫酸铅沉淀 EDTA 反滴定法；
- GB/T 8152.3 铅精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- GB/T 8152.4 铅精矿化学分析方法 锌量的测定 EDTA 滴定法；
- GB/T 8152.5 铅精矿化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 8152.7 铅精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 8152.9 铅精矿化学分析方法 氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 8152.10 铅精矿化学分析方法 银量和金量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 8152.11 铅精矿化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 8152.12 铅精矿化学分析方法 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法。

其中 GB/T 8152.6—1987《铅精矿化学分析方法 极谱法测定铋量》和 GB/T 8152.8—1987《铅精矿化学分析方法 二硫代二安替比林甲烷分光光度法测定铋量》不变。

本部分为第 4 部分。

本部分是对 GB/T 8152.2—1987《铅精矿化学分析方法 Na_2EDTA 容量法测定锌量》的修订。

本部分与 GB/T 8152.2—1987 相比,主要有如下变动:

- 对文本格式进行了修改。
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分代替 GB/T 8152.2—1987。

本部分由有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司负责起草。

本部分主要起草人:罗付兴、李日平。

本部分主要验证人:耿多峰。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8152.2—1987。

铅精矿化学分析方法 锌量的测定

EDTA 滴定法

1 范围

本部分规定了铅精矿中锌含量的测定方法。

本部分适用于铅精矿中锌含量的测定。测定范围:1.0%~10.0%。

2 方法原理

试料用氯酸钾饱和的硝酸溶解,硫酸冒烟沉淀分离铅,在氧化剂存在的氨性介质中沉淀分离铁、锰、铋等干扰元素,加掩蔽剂硫代硫酸钠、氟化铵消除铜、铝等的干扰,以二甲酚橙为指示剂,于 pH 5.5~pH 6.0,用 EDTA 标准溶液滴定锌、镉含量。

用火焰原子吸收光谱法测定镉量,从锌、镉含量中减去镉量,即为锌量。

3 试剂和材料

3.1 市售试剂

3.1.1 抗坏血酸。

3.1.2 氟化铵。

3.1.3 氯化铵。

3.1.4 过硫酸铵。

3.1.5 氨水(ρ 0.89 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 氯酸钾饱和的浓硝酸。

3.2.2 硫酸(1+1)。

3.2.3 硫酸(2+98)。

3.2.4 氨水(1+1)。

3.2.5 洗涤液:20 g 氯化铵溶于 380 mL 水中,加 20 mL 氨水(3.1.5),混匀。

3.2.6 硫代硫酸钠溶液(200 g/L)。

3.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 5.5):将 375 g 无水乙酸钠溶于水中,加入 50 mL 冰乙酸,用水稀释至 2 500 mL,混匀。

3.3 标准滴定溶液

3.3.1 乙二胺四乙酸二钠(Na₂ EDTA)标准滴定溶液

3.3.1.1 配制:溶解 7.0 g 乙二胺四乙酸二钠于 300 mL 烧杯中,加 200 mL 水,微热溶解,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 3 d 后标定。

3.3.1.2 标定:准确称取 0.060 g 金属锌($\geqslant 99.99\%$,精确至 0.000 1 g)置于 300 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸(1+1),盖上表皿,低温溶解完全,并蒸至约 2 mL,取下冷却。用水吹洗表皿及杯壁,加水至 120 mL 左右,加 2 滴~3 滴二甲酚橙溶液(3.4.1),用氨水(3.2.4)中和至溶液呈紫红色,加入 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.2.7),用 Na₂ EDTA 标准滴定溶液(3.3.1)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点。

随同标定进行空白试验。