

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1050.2—2015

铅锑精矿化学分析方法 第 2 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of lead antimony concentrates—
Part 2: Determination of antimony content—
Cerium sulfate titration method

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

前 言

YS/T 1050—2015《铅铋精矿化学分析方法》共分为以下 9 个部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铋量的测定 硫酸铋滴定法；
- 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 4 部分：锌量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：硫量的测定 重量法；
- 第 6 部分：铁量的测定 硫酸铋滴定法；
- 第 7 部分：铋量和铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：金量和银量的测定 火试金法；
- 第 9 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：广西壮族自治区冶金产品质量监督检验站。

本部分参加起草单位：锡矿山闪星铋业有限责任公司、柳州百韧特先进材料有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、贵州省分析测试研究院。

本部分主要起草人：吕敏丽、黄旭升、伍祥武、崔德海、黄肇敏、谢涛、宋应球、龙智翔、帅瑞铖、邓汉金、任黎明、杜春寒。

铅铈精矿化学分析方法

第2部分:铈量的测定

硫酸铈滴定法

1 范围

YS/T 1050 的本部分规定了铅铈精矿中铈量的测定方法。

本部分适用于铅铈精矿中铈量的测定,测定范围(质量分数)为 10.00%~30.00%。

2 方法提要

试料用硫酸、硫酸钾分解,以滤纸(炭化后)作还原剂将五价铈还原为三价。在盐酸介质中,加磷酸掩蔽高价铁离子,以甲基橙、亚甲基蓝为指示剂,在 80 °C~90 °C 用硫酸铈标准溶液滴定至溶液的红色褪尽,突变呈亮绿色(铁高时为黄绿色)为终点。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为分析纯试剂,所用水为二级水。

3.1 硫酸钾。

3.2 滤纸。

3.3 金属铈(铈的质量分数 $\geq 99.99\%$)。

3.4 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)。

3.5 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

3.6 磷酸($\rho=1.70\text{ g/mL}$)。

3.7 无水乙醇。

3.8 盐酸(1+1)。

3.9 硫酸(1+1)。

3.10 硫酸铈标准滴定溶液。

3.10.1 配制

称取 12.12 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$,置于 1 000 mL 烧杯中,加入 30 mL 硫酸(3.4),搅拌均匀,在电炉上逐渐升温加热溶成糊状,并冒硫酸烟约 20 min,取下冷却,加入 280 mL 硫酸(3.9),再缓慢加入 400 mL 水,搅拌溶解至清亮,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.10.2 标定

称取 0.065 0 g 金属铈(3.3),置于 300 mL 锥形瓶中,加入 5 颗~10 颗玻璃珠,加入 15 mL 硫酸(3.4),加热溶解清亮后,继续加热至冒硫酸烟 5 min~10 min,取下冷却,用少量水吹洗瓶壁,沿瓶壁缓慢加入 40 mL 水、12 mL 磷酸(3.6),摇匀,煮沸取下,立即加入 30 mL 盐酸(3.8),加入 4 滴甲基橙指示剂(3.11)、4 滴亚甲基蓝指示剂(3.12),在保持溶液 80 °C~90 °C 的温度下,用硫酸铈标准滴定溶液(3.10)滴定至溶液的红色褪尽突变呈亮蓝色为终点。

随同标定做空白试验。