

## 金矿石化学分析方法

### 第 10 部分：锑量的测定

#### 1 范围

本部分规定了金矿石中锑含量的测定方法。

本部分适用于金矿石中锑含量的测定。

#### 2 硫酸铈滴定法测定锑量(测定范围:0.20%~5.00%)

##### 2.1 方法提要

试料用硫酸-硫酸钾分解,以炭素作还原剂和助溶剂,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红色消失,即为终点。

##### 2.2 试剂

2.2.1 硫酸钾。

2.2.2 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

2.2.3 磷酸( $\rho$ 1.70 g/mL)。

2.2.4 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

2.2.5 硫酸(1+1)。

2.2.6 金属锑(Sb 的质量分数 $\geq$ 99.99%)。

2.2.7 甲基橙指示剂(1 g/L)。

2.2.8 硫酸铈标准滴定溶液[ $c(\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})=0.05 \text{ mol/L}$ ]:

2.2.8.1 配制:称取 20.25 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 200 mL 硫酸(2.2.5),加入 600 mL 水,在电炉上加热溶解至清亮,取下冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

2.2.8.2 标定:称取三份 0.100 0 g 金属锑(2.2.6),分别置于 300 mL 锥形瓶中,以少量水润湿,加入 20 mL 硫酸(2.2.5),加热溶解至清亮,取下冷却。以下操作按 2.4.3.2、2.4.3.3 进行。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 0.06088} \quad \dots\dots\dots(1)$$

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);

$m$ ——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);

0.06088——锑的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

测定值保留四位有效数字,其极差值不大于  $4 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$  时,取其平均值。否则,需重新标定。

##### 2.3 试样

2.3.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

2.3.2 试样在 100℃~105℃烘 1 h 后,置于干燥器中冷至室温。

## 2.4 分析步骤

### 2.4.1 试料

称取 1.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 2.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 2.4.3 测定

2.4.3.1 将试料(2.4.1)置于 300 mL 锥形瓶中,加入 2 g 硫酸钾(2.2.1),以少量水润湿,加入 15 mL 硫酸(2.2.2),置于电热板上加热,待驱除大部分硫后,盖上表面皿,在保持溶液微沸的温度下溶解 30 min。取下稍冷,加入约 3 cm<sup>2</sup> 定性滤纸,继续加热至滤纸炭化后溶液的暗色消失,取下冷却。

2.4.3.2 加入 100 mL 水、20 mL 盐酸(2.2.4),混匀,加入 10 mL 磷酸(2.2.3),混匀,煮沸。

2.4.3.3 加入 2 滴甲基橙指示剂(2.2.7),在保持溶液 80℃~90℃ 的温度下,用硫酸铈标准滴定溶液(2.2.8)滴定至溶液的红色恰好消失,即为终点。

## 2.5 结果计算

按式(2)计算锑的质量分数:

$$w(\text{Sb}) = \frac{c(V_2 - V_3) \times 0.060\ 88}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w(\text{Sb})$  —— 锑的质量分数,用(%)表示;

$c$  —— 硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_2$  —— 滴定试料溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_3$  —— 滴定空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$  —— 试料的质量,单位为克(g);

0.060 88 —— 锑的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果应表示至两位小数。

## 2.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

单位为 %

锑质量分数	允许差
0.20~0.50	0.05
>0.50~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.12
>2.00~3.00	0.16
>3.00~5.00	0.20

## 3 氢化物发生-原子荧光光谱法测定锑量(测定范围:0.010%~0.40%)

### 3.1 方法提要

试料用酸溶解。在稀盐酸介质中,加入抗坏血酸预还原,以硫脲掩蔽铜。移取一定量待测液于氢化物发生器中,锑(Ⅲ)被硼氢化钾还原为氢化锑,用氩气导入石英炉原子化器中,以锑空心阴极灯作光源,于原子荧光光谱仪上测定其荧光强度。

### 3.2 试剂

#### 3.2.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

- 3.2.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.2.3 盐酸(1+1)。
- 3.2.4 盐酸(1+9)。
- 3.2.5 酒石酸。
- 3.2.6 金属锑(Sb的质量分数 $\geq 99.9\%$ )。
- 3.2.7 硫脲-抗坏血酸溶液(50 g/L~50 g/L),当天配制。
- 3.2.8 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 10.00 g 硼氢化钾溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中,当天配制。
- 3.2.9 锑标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锑(3.2.6)于 300 mL 烧杯中,加 25 mL 硝酸(3.2.1)、3 g 酒石酸(3.2.5),低温加热溶解,并蒸发至近干,稍冷,加入 50 mL 盐酸(3.2.3),加热溶解,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锑。
- 3.2.10 锑标准溶液:移取 10.00 mL 锑标准贮存溶液(3.2.9)于 500 mL 容量瓶中,加盐酸(3.2.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2  $\mu$ g 锑。

### 3.3 仪器

原子荧光光谱计。附屏蔽式石英炉原子化器,玻璃质氢化物发生器,特制锑空心阴极灯或锑高强度空心阴极灯。

氩气:用作屏蔽气、载气。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

检出限:不大于  $2 \times 10^{-9}$  g/mL。

精密度:用 0.02  $\mu$ g/mL 的锑标准溶液测量 11 次荧光强度,其相对标准偏差不应超过 5.0%。

### 3.4 试样

3.4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

3.4.2 试样在 100℃~105℃烘 1 h 后,置于干燥器中冷至室温。

### 3.5 分析步骤

#### 3.5.1 试料

按表 2 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 2

锑质量分数/%	试料量/g
0.005~0.010	0.200 0
>0.10~0.40	0.100 0

独立地进行两次测定,取其平均值。

#### 3.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 3.5.3 测定

3.5.3.1 将试料(3.5.1)置于 200 mL 烧杯中,加入 0.5 g 酒石酸(3.2.5),用水湿润,加入 15 mL 硝酸(3.2.1),低温溶解,蒸至体积约 2 mL,取下冷却,加入 20 mL 盐酸(3.2.3)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.2.7),用水冲洗杯壁,低温煮沸使盐类溶解,取下冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.5.3.2 按表 3 分取溶液(3.5.3.1)于容量瓶中,并按测定溶液体积补加盐酸(3.2.3)及硫脲-抗坏血酸溶液(3.2.7)用水稀释至刻度,混匀,于过滤部分溶液待测。

表 3

锑质量分数/ %	试液总体积/ mL	分取试液体积/ mL	测定溶液体积/ mL	补加盐酸溶液 (3.2.3)/ mL	补加硫脲-抗坏 血酸溶液(3.2.7)/ mL
0.005~0.050	100	10.00	50	4	4
>0.050~0.10	100	10.00	100	9	9
>0.10~0.20	100	10.00	100	9	9
>0.20~0.40	100	10.00	200	19	19

3.5.3.3 移取 2 mL 待测溶液(3.5.3.2)于氢化物发生器中,以恒定速率加入硼氢化钾溶液(3.2.8),以随同试料的空白溶液为参比,测量荧光强度,从工作曲线上查得相应的锑浓度。

### 3.5.4 工作曲线的绘制

3.5.4.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 锑标准溶液(3.2.10)分别于一组 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.2.3)、10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.2.7),用水稀释至刻度,混匀。

3.5.4.2 在与测定试料溶液相同的条件下,以零浓度标准溶液为参比,测量标准溶液的荧光强度。以锑浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 3.6 结果计算

按式(3)计算锑的质量分数:

$$w(\text{Sb}) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$w(\text{Sb})$ ——锑的质量分数,用%表示;

$c$ ——自工作曲线上查得的锑的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V_0$ ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——分取试液稀释后的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果保留两位有效数字,若质量分数小于 0.10% 时,表示至三位小数。

### 3.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

单位为%

锑质量分数	允许差
0.005~0.010	0.005
>0.010~0.050	0.010
>0.050~0.10	0.020
>0.10~0.20	0.03
>0.20~0.40	0.04

