ICS 73.060
D 42

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.3—2000

锌精矿化学分析方法 铁量的测定

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of iron content

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前　言

本标准是对 GB/T 8151.3—1987《锌精矿化学分析方法　Na_2EDTA 滴定法测定铁量》的重新确认，只进行编辑性修改。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第 1 单元：标准的起草与表述规则　第 1 部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978　冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，同时代替 GB/T 8151.3—1987。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由水口山矿务局、葫芦岛锌厂起草。

本标准主要起草人：凌宗干、易家甫、李　飞。

中华人民共和国国家标准

锌精矿化学分析方法 铁量的测定

GB/T 8151.3—2000

代替 GB/T 8151.3—1987

Methods for chemical analysis of zinc concentrates —Determination of iron content

1 范围

本标准规定了锌精矿中铁含量的测定方法。

本标准适用于锌精矿中铁含量的测定。测定范围：2%～20%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸低温溶解，蒸至近干。加少量盐酸溶解盐类，加水保持一定体积用氨水沉淀。用盐酸溶解沉淀，控制体积 120 mL 左右，保持温度于 50～90℃，以磺基水杨酸为指示剂，以 Na_2 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

3 试剂

3.1 氯化铵。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 盐酸(1+11)。

3.7 氨水(1+1)。

3.8 洗液：25 g 氯化铵(3.1)以 500 mL 水溶解，加 20 mL 氨水(3.4)，混匀。

3.9 磺基水杨酸溶液(100 g/L)。

3.10 乙二胺四乙酸二钠(Na_2 EDTA)标准滴定溶液

3.10.1 配制：称取 20 g Na_2 EDTA($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)于烧杯中，加 400 mL 左右热水溶解，冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，放置三天后标定。

3.10.2 标定

3.10.2.1 金属铁丝的预处理：将金属铁丝(≥99.9%)截成小段(每段小于 80 mg)，放入稀硝酸(1+3)中浸泡 1～2 min，取出放在乙醇(无水)中浸泡 1～2 min，取出，用滤纸反复吸干后立即称取。

3.10.2.2 标定：称取三份经预处理的金属铁丝约 0.06 g(精确至 0.000 1 g)分别置于 300 mL 烧杯中，加 20 mL 硝酸(1+1)，加热溶解后蒸发至近干，加入 10 mL 盐酸(3.2)，以水洗表皿及杯壁，再于低温处蒸至近干，用 10 滴左右盐酸(3.2)溶解盐类，加水至约 120 mL，用氨水(3.7)中和至氢氧化铁出现，再加 10 mL 盐酸(3.6)，加热至近沸，取下，加入约 1 mL 磺基水杨酸溶液，用 Na_2 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

国家质量技术监督局 2000-02-16 批准　　2000-08-01 实施

随同标定做空白试验。

按式(1)计算 Na_2EDTA 标准滴定溶液对铁的滴定系数：

$$F=\frac{m_1}{V_2-V_1} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：F——Na_2EDTA 标准滴定溶液对铁的滴定系数，g/mL；

m_1——铁丝称取量，g；

V_2——标定时消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

V_1——标定时空白试验溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积，mL。

取三次标定结果的平均值为滴定系数。三次标定结果的极差值应不大于 0.000 01 g/mL。否则，重新标定。

4 试样

4.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

4.2 样品预先在 105℃±5℃烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.000 1 g。

表 1

铁 含 量，%	试 料 量，g
<5.00	0.50
5.00～20.00	0.20

独立地进行二次测定，取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 300 mL 烧杯中，以少量水润湿，加入 10 mL 盐酸(3.2)低温溶解 5 min，加10 mL 硝酸继续加热溶解，低温蒸至近干。加 2～3 mL 盐酸(3.2)，用水洗表皿及杯壁，加热溶解盐类，加 4～5 g 氯化铵，加水至体积 70～80 mL，以氨水(3.4)中和至氢氧化铁沉淀完全再过量 3 mL，加热微沸 3～5 min，取下，加 3 mL 氨水(3.4)，用快速滤纸过滤，用热洗液洗烧杯与滤纸各 4 次，再用水各洗一次。

5.3.2 用热盐酸(3.5)溶解沉淀(5.2.1)于原烧杯中，然后用水及盐酸(3.5)交替洗至滤纸无色。将溶液放在低温处蒸至 1～2 mL，取下，加水至 120 mL 左右，用氨水(3.7)中和至有氢氧化铁沉淀出现，加 10 mL盐酸(3.6)，加热至近沸，取下，加入约 1 mL 磺基水杨酸溶液，用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

6 分析结果的表述

按式(2)计算铁的百分含量：

$$Fe(\%)=\frac{F(V_3-V_0)}{m_0}\times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：F——Na_2EDTA 标准滴定溶液对铁的滴定系数，g/mL；

V_3——测定时滴定试料溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

V_0——测定时滴定空白试验溶液消耗 Na_2EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

m_0——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数。

7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

铁　含　量	允　许　差
2.00～6.00	0.20
>6.00～10.00	0.25
>10.00～15.00	0.30
>15.00～20.00	0.35