



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15925—2010  
代替 GB/T 15925—1995

---

## 锑矿石化学分析方法 锑量测定

Method for chemical analysis of antimony ores—  
Determination of antimony content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 前 言

本标准代替 GB/T 15925—1995《锑矿石化学分析方法 硫酸铈容量法测定锑量》。

本标准与 GB/T 15925—1995 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的中文名称;
- 增加了标准的英文名称;
- 增加了警示、警告的内容;
- 增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求;
- 增加了对试样粒径及其干燥的要求;
- 增加了验证试验内容。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:湖北省地质实验研究所。

本标准主要起草人:唐兴敏、柳建一、方金东。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15925—1995。





# 锑矿石化学分析方法

## 锑量测定

**警示:**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了锑矿石中锑量的测定方法。

本标准适用于锑矿石中锑量的测定。

测定范围:0.5%以上的锑。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 原理

试料以硫酸分解,加还原剂将 Sb(V)还原为 Sb(III),在盐酸介质中,以甲基橙为指示剂,用硫酸铈标准溶液滴定锑,锑(III)被硫酸铈还原为锑(V),以计算锑量。

### 4 试剂

除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 硫酸钾。

4.2 硫酸胂。

4.3 硫酸( $\rho$ 1.85 g/mL)。

4.4 硫酸(8+92)。警告:稀释时操作不当易引起烧伤!

4.5 盐酸[ $c(\text{HCl})=2.0 \text{ mol/L}$ ]。

4.6 甲基橙溶液(1 g/L)(一个月有效期内,终点明显)。

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

a) 配制:

称取 20.2 g 硫酸铈,置于 250 mL 烧杯中,用 100 mL 硫酸(4.4)加热溶解,冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(4.4)稀释至刻度,摇匀;

b) 标定:

称取 0.050 0 g~0.100 0 g 金属锑(质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 250 mL 锥形瓶中,加入适量水润湿,加 15 mL 硫酸(4.3),盖上瓷坩埚盖,加热分解 0.5 h,冷却后,加入 100 mL 盐酸溶液(4.5),将溶液加热至沸,滴入 2 滴甲基橙溶液(4.6),在不断摇动下,立即用硫酸铈标准溶液(4.7)滴定至溶液红色消失即为终点,同时标定三份,按式(1)计算硫酸铈标准溶液的因子  $f$ ,其极差值偏差不大于 0.4%,若未达到需重新标定,取算术平均值,并同时进行空白试验。

$$f = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$f$ ——硫酸铈标准溶液的因子，单位为克每毫升(g/mL)；

$m$ ——铈的质量，单位为克(g)；

$V$ ——滴定铈溶液消耗硫酸铈溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$V_0$ ——滴定空白溶液消耗硫酸铈溶液的体积，单位为毫升(mL)。

## 5 试样

5.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。

5.2 试样在 105  $^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘 2 h~4 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

根据试样中铈的含量，按表 1 称取试料量，精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量

铈的含量/%	试料量/g
>0.5~5	1.0
>5~10	0.5
>10~20	0.2
>20	0.1

### 6.2 空白试验

随同试料做双份空白试验，所取试剂应取自同一试剂瓶。

### 6.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

### 6.4 试料分解与测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 或 500 mL 锥形瓶中，加入 3 g 硫酸钾(4.1)、0.2 g 硫酸肼(4.2)，以适量水润湿，摇匀，加入 15 mL 硫酸(4.3)，盖上瓷坩埚盖置于电炉上加热，在保持溶液煮沸的温度下分解 0.5 h，取下，冷却。

注：试料经硫酸分解后，钨和硅等元素均与铈分离，锡石不溶于硫酸，因此不干扰测定。钒(V)在硫酸溶液中长时间蒸发可逐渐转为钒(IV)，对测定有影响，钒量允许存在 0.5 mg 以下。

6.4.2 沿壁加入 100 mL 盐酸(4.5)，并用少量水冲洗瓷坩埚盖及瓶壁，溶液加热至沸。加入 2 滴甲基橙溶液(4.6)，立即用硫酸铈标准溶液(4.7)滴定至溶液红色消失为终点(硫酸铈滴定三价铈反应较慢，滴定时控制在 80 $^{\circ}\text{C}$  以上，使反应速度加快，终点明显)。

注：加入指示剂前为青黄色，加入指示剂后为玫瑰红色或红橙色，滴定终点为青黄色。试料、标准、空白、溶液所加指示剂用量要一致。

## 7 结果计算

铈量用质量分数  $w(\text{Sb})$  计，数值以 % 表示，按式(2)计算。

$$w(\text{Sb}) = \frac{(V_1 - V_2)f}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$V_1$ ——滴定试料溶液消耗的硫酸铈溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$V_2$ ——滴定空白溶液消耗硫酸铈标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$f$ ——硫酸铈标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);

$m_s$ ——试料称取的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

## 8 精密度

铈矿石中铈量测定结果精密度见表 2。

表 2 精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
1.78~21.76	$r=0.112\ 8+0.011\ 6m$	$R=0.169\ 3+0.021\ 9m$



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铋矿石化学分析方法  
铋量测定

GB/T 15925—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-41055

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 15925-2010