

# 中华人民共和国国家标准

## 黄药化学分析方法 乙酸铅滴定法测定黄原酸盐含量

UDC 622.765  
.06:543.06  
GB 8150.1-87

Methods for chemical analysis of xanthates

The lead-acetate titration method for determination of xanthate content

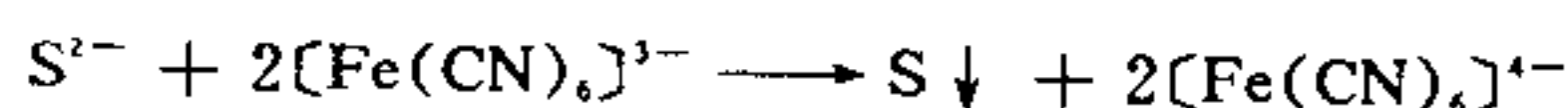
转 YS/T 271.1-1994

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

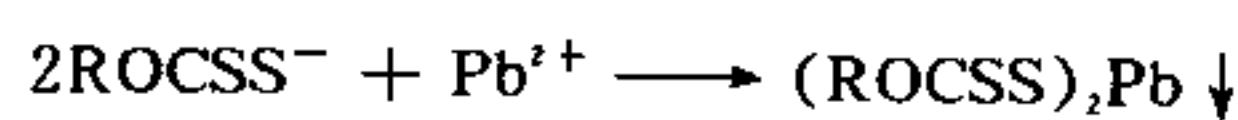
本方法适用于乙基、异丙基、正丁基、异丁基、正戊基、异戊基及其他低碳烷基的钠黄药或钾黄药中的黄原酸盐量的测定。

### 1 方法提要

以亚硝基铁氰化钠为指示剂，用铁氰化钾将黄药中的碱金属硫化物等杂质氧化成单体硫以消除其干扰。化学反应为：



然后以玫瑰红酸钠为指示剂，用乙酸铅标准溶液滴定黄原酸盐。化学反应式为：



### 2 试剂

- 2.1 盐酸(比重 1.19)。
- 2.2 盐酸(6N)。
- 2.3 冰乙酸。
- 2.4 氨水溶液(10%)。
- 2.5 氨-氯化铵缓冲溶液：按 GB 603—77《制剂及制品制备方法》中的第 38 条(1)配制。
- 2.6 六次甲基四胺-盐酸缓冲溶液：将 300g 六次甲基四胺溶于 500ml 水中，加 30ml 盐酸(2.1)，加水稀释至 1000ml。
- 2.7 铁氰化钾溶液(1%)：贮于棕色瓶中，用时现配。
- 2.8 铬黑 T 指示剂溶液(0.5%)：称取 0.5g 铬黑 T 和 2g 盐酸羟胺溶于 100ml 乙醇中。用时现配。
- 2.9 二甲酚橙指示剂溶液(0.2%)。
- 2.10 亚硝基铁氰化钠指示剂溶液(2%)：用时现配。
- 2.11 玫瑰红酸钠指示剂溶液(0.1%)：用时现配。
- 2.12 氯化铵。
- 2.13 氧化锌：基准试剂。
- 2.14 乙酸铅。
- 2.15 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液(0.0125M)。
  - 2.15.1 配制：称取 5g 二水合乙二胺四乙酸二钠，加热溶于 1000ml 水中，冷却，摇匀。
  - 2.15.2 标定：称取 1.0000g 于 800℃ 灼烧至恒重的氧化锌(2.13)，用少许水湿润，加 5ml 盐酸(2.2)至氧化锌溶解。移入 500ml 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。取 30.00~35.00ml，加 20ml 水，用氨

中国有色金属工业总公司 1987-01-27 批准

1988-06-01 实施

水溶液 (2.4) 中和至 pH 7~8, 加 10ml 氨-氯化铵缓冲液 (2.5), 加 5 滴铬黑 T 指示剂溶液 (2.8), 用 EDTA 标准溶液 (2.15) 滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时作空白试验。

2.15.3 计算: EDTA 标准溶液摩尔浓度  $M$  按下式计算:

$$M = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.08138}$$

式中:  $G$  —— 氧化锌重量, g;

$V_1$  —— EDTA 标准溶液的用量, ml;

$V_2$  —— 空白试验 EDTA 标准溶液用量, ml;

0.08138 —— 每毫升摩尔氧化锌克数。

2.16 乙酸铅标准溶液 (0.025N)。

2.16.1 配制: 将 4.75g 乙酸铅  $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$  溶于 500ml 水中, 加 6ml 乙酸 (2.2), 用水稀释至 1000ml。摇匀。

2.16.2 标定: 准确取出 30.00~35.00ml 乙酸铅标准溶液 (2.16) 于烧杯中, 加 30ml 水和 10ml 六次甲基四胺缓冲溶液 (2.6), 再加 5 滴二甲酚橙指示剂溶液 (2.9), 用已知浓度 EDTA 标准溶液 (2.15) 滴定至亮黄色为终点。

2.16.3 乙酸铅标准溶液的当量浓度  $N$  按下式计算:

$$N = \frac{2 \cdot V_1 \cdot M}{V_2}$$

式中:  $V_1$  —— 滴定时消耗的 EDTA 标准溶液, ml;

$M$  —— EDTA 标准溶液的摩尔浓度;

$V_2$  —— 取出乙酸铅标准溶液, ml;

2 —— 1 摩尔的 EDTA 相当于乙酸铅的当量数。

标定三份, 极差应不大于 0.00005N。

### 3 分析步骤

3.1 分析用蒸馏水或去离子水。用氢氧化钠溶液调至 pH 6~7。

3.2 黄药试样保存条件防潮防热, 瓶盖盖紧。分析时尽量缩短揭盖时间。

3.3 用带盖的称量瓶称取试样 10.000g, 用水移入 500ml 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀后, 准确取 5.00ml 于 250ml 烧杯中, 加 2 滴亚硝基铁氰化钠指示剂溶液 (2.10), 如试样中含碱金属硫化物等杂质, 溶液呈蓝紫色, 此时不断摇动烧杯, 逐滴加入铁氰化钾 (2.7), 直至试样溶液的蓝紫色消失, 再过量加 1 滴, 以保证氧化完全。如果铁氰化钾 (2.7) 加入量超过 1ml, 需另取 5.00ml 试样溶液, 于 250ml 烧杯中, 加入约 0.2g 氯化铵, 再按上述操作除去硫化物杂质。往烧杯中加入 100ml 水, 在不停的搅拌下用乙酸铅标准溶液 (2.16) 滴定, 接近终点时加 1~2ml 玫瑰红酸指示剂溶液 (2.11), 继续滴定至肉红色突然出现为终点。

### 4 分析结果的计算

按下式计算黄原酸盐的百分含量:

$$\text{黄原酸盐含量 (\%)} = \frac{N \cdot V \cdot M / 1000}{5W / 500} \times 100$$

式中:  $N$  —— 乙酸铅标准溶液的克当量浓度;

$V$  —— 滴定时消耗的乙酸铅标准溶液, ml;

$M$  —— 黄原酸盐分子量;

$W$  —— 称取试样重量, g。

几种常见黄原酸盐的分子量如下:

乙基黄原酸钠:144.2  
异丙基黄原酸钠:158.2  
正丁基黄原酸钠:172.3  
异丁基黄原酸钠:172.3  
正戊基黄原酸钠:168.3  
异戊基黄原酸钠:168.3

## 5 允许差

本方法的平行测定允许差不得大于 0.5%。

### 附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由铁岭选矿药剂厂负责起草。

本标准主要起草人康秉钧、姜淑珍。

本标准自实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 503—76《黄药分析方法》作废。