

中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.18—2012/ISO 12739:2006

锌精矿化学分析方法 第 18 部分：锌量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—
Part 18: Determination of zinc content—
Ion-exchange/ Na_2EDTA titrimetric method

(ISO 12739:2006, Zinc sulfide concentrates—
Determination of zinc—
Ion-exchange/EDTA titrimetric method, IDT)

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 8151《锌精矿化学分析方法》分为 20 个部分：

- 第 1 部分：锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法和萃取分离 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 3 部分：铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：砷量的测定 氢化物-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法；
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 10 部分：锡量的测定 氢化物-原子荧光光谱法；
- 第 11 部分：铋量的测定 氢化物-原子荧光光谱法；
- 第 12 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：锗量的测定 氢化物-原子荧光光谱法和苯芴酮分光光度法；
- 第 14 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：铟量的测定 氢氧化物沉淀- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 18 部分：铊量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第 19 部分：金和银含量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；
- 第 20 部分：铜、铅、铁、砷、镉、铋、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 8151 的第 18 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分等同采用 ISO 12739:2006《硫化锌精矿 锌量的测定 离子交换/EDTA 滴定法》。

本部分与 ISO 12739:2006 的主要差异如下：

- 用小数点“.”代替在国际标准中作为小数点的“,”；
- 用句号“。”代替在国际标准中作为句号的“.”；
- 用“本部分”代替“本标准”；
- 按中文习惯改动了标准名称；
- 删除了国际标准中的封面、目录、前言。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分主要起草人：李遵义、刘立敏、赵军锋。

锌精矿化学分析方法

第 18 部分: 锌量的测定

离子交换- Na_2EDTA 滴定法

1 范围

GB/T 8151 的本部分规定了硫化锌精矿中锌量的测定方法。

本部分适用于硫化锌精矿中锌量的测定。测定范围: 11.00%~62.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修订单)适用于本文件。

ISO 385 实验室玻璃器皿 滴定管(Laboratory glassware—Burettes)

ISO 648 实验室玻璃器皿 单刻度移液管(Laboratory glassware—One-mark pipettes)

ISO 1042 实验室玻璃器皿 单刻度容量瓶(Laboratory glassware—One-mark volumetric flasks)

ISO 3696 实验室分析用水 规范及试验方法(Water for analytical laboratory use—Specification and test methods)

ISO 4787 实验室玻璃器皿 容量器皿 测试容量和使用方法(Laboratory glassware—Volumetric glassware—Methods for use and testing of capacity)

ISO 9599 硫化铜、铅、锌精矿中吸湿水分的测定 重量法(Copper, lead and zinc sulfide concentrates—Determination of hygroscopic moisture in the analysis sample—Gravimetric method)

3 方法提要

试料用盐酸、硝酸和硫酸溶解。盐酸浓度大约 2 mol/L, 锌被强碱阴离子交换树脂吸附, 此条件下其他干扰离子被分离除去。用氨-氯化铵溶液把锌洗脱, 以二甲酚橙作指示剂, 在 pH 大约 5.6 条件下用 Na_2EDTA 标准滴定溶液滴定洗脱液中的锌量。

4 试剂

分析过程中, 仅使用经认可的分析纯试剂和符合 ISO 3696 二级水标准的水。

4.1 金属锌($w_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$): 使用前表面无氧化。将锌表面浸入以盐酸(4.3)稀释至(1+9)的溶液中清洗 1 min, 然后用水冲洗, 再用丙酮冲洗, 并在 50 °C 烘箱中烘干。

4.2 二甲酚橙指示剂(0.1%): 将 0.1 g 二甲酚橙钠盐与 100 g 硝酸钾晶体混合, 在陶瓷研钵中用杵轻轻研磨, 混匀至颜色完全一致。

4.3 盐酸($\rho_{20} 1.16 \text{ g/mL} \sim 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.4 盐酸(1+1): 将 500 mL 盐酸(4.3)加入到 500 mL 水中。

- 4.5 盐酸(1+5):将 100 mL 盐酸(4.3)加入到 500 mL 水中。
- 4.6 硝酸(ρ_{20} 1.42 g/mL)。
- 4.7 硝酸(1+1):将 500 mL 硝酸(4.6)加入到 500 mL 水中。
- 4.8 硫酸(1+1):边搅拌边缓慢将 500 mL 硫酸(ρ_{20} 1.84 g/mL)加入到 500 mL 水中。
- 4.9 硫酸(1+100):将 20 mL 硫酸(4.8)加入到 980 mL 水中。
- 4.10 氢氟酸(ρ_{20} 1.15 g/mL)。
- 4.11 氨溶液(7+100):将 70 mL 氨水(ρ_{20} 0.89 g/mL)加入到 1 000 mL 水中。
- 4.12 氨-氯化铵溶液:将 20 g 氯化铵溶解于 1 L 氨溶液(4.11)中。
- 4.13 盐酸-抗坏血酸溶液:将 0.25 g 抗坏血酸溶解于 100 mL 盐酸(4.5)中。用时现配。
- 4.14 氟化铵溶液(50 g/L):将 50 g 氟化铵溶解于水中并稀释至 1 L。
- 4.15 硫代硫酸钠溶液(100 g/L):将 100 g 硫代硫酸钠溶解于水中并稀释至 1 L。
- 4.16 缓冲溶液(pH 5.5):将 250 g 乙酸铵和 25 mL 冰乙酸(ρ_{20} 1.05 g/mL)溶解于水中并稀释至 1 L。
- 4.17 对位硝基酚指示剂(2 g/L):将 0.2 g 对位硝基酚溶解于水中并稀释至 100 mL。
- 4.18 Na₂EDTA 标准滴定溶液(0.1 mol/L)

4.18.1 配制:将 37.2 g 乙二胺四乙酸二钠盐(Na₂EDTA)溶解于水中并稀释至 1 L。

4.18.2 标定:

注:为获得 0.1%~0.2% 相对准确度,必须在分析的同时,在相同条件下用锌标定 Na₂EDTA 标准滴定溶液。建议标定应严格按照分析采用的操作条件。为了提高标定的重现性,通常应准备多种锌标准溶液。

依据试样中锌含量,称取质量在 0.055 g~0.31 g 之间的 3 份金属锌(4.1),精确至 0.000 1 g,分别置于 3 个 500 mL 烧杯中,其质量分别记录为 m_1 、 m_2 和 m_3 。

在每个烧杯中加入 15 mL 盐酸(4.4),微热溶解金属锌,冷却,加入 150 mL 氨-氯化铵溶液(4.12)。

加 2 滴~3 滴对位硝基酚指示剂(4.17),加盐酸(4.4)直到颜色从黄色变为无色。也可以选择用 pH 计按 7.7 中的第 2 段进行。

依次加入 20 mL 缓冲溶液(4.16)、3 mL 氟化铵溶液(4.14)和 5 mL 硫代硫酸钠溶液(4.15),再加 0.5 g 二甲酚橙指示剂(4.2),摇动溶解。用 Na₂EDTA 标准滴定溶液(4.18)进行滴定,直到溶液从红色变为黄色,所消耗的体积分别记录为 V_1 、 V_2 和 V_3 。

按式(1)计算 Na₂EDTA 标准滴定溶液对锌的滴定系数 f_{ix} :

$$f_{ix} = m_x / V_x, x = 1 \sim 3 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

f_{ix} ——滴定系数;

m_x ——金属锌的质量,单位为克(g);

V_x ——消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

f_{i1} 、 f_{i2} 和 f_{i3} 的极差不应超过 0.000 01 g/mL,否则重新标定。

按式(2)计算 Na₂EDTA 标准滴定溶液对锌平均滴定系数:

$$f = (f_{i1} + f_{i2} + f_{i3}) / 3 \dots\dots\dots(2)$$

5 仪器

- 5.1 A 级容量玻璃器皿,符合 ISO 385、ISO 648、ISO 1042 标准,按 ISO 4787 使用。
- 5.2 天平,感量 0.1 mg。
- 5.3 电热板。
- 5.4 马弗炉,工作温度 800 ℃。
- 5.5 铂坩埚,容积 25 mL。

5.6 离子交换柱,典型尺寸见附录 A。

6 样品

6.1 试样

按 ISO 9599 的要求制备试样。

注: 如果使用预先干燥的试料,则不要求制备试样(见附录 B)。

6.2 试料

采用多点多次取样的方式从试样中分取试料,保证其代表性。称取 0.5 g 试料,精确到 0.1 mg。同时,按 ISO 9599 测定吸湿水分。也可以使用附录 B 规定的方法直接从实验室样品中制备预干试料。

7 步骤

7.1 测定次数

在重复性试验条件下,每个试样至少重复测定 2 次。

注: 重复性条件指对同一样品,用同一方法,由同一个人,在同一实验室,使用同一种试剂和仪器在较短的时间间隔内,进行独立操作得出的分析结果。

7.2 空白试验

分析测试时平行进行空白试验,除不加试料外所有的步骤与试样分析相同。所消耗的体积为 V_0 。

7.3 试料溶解

将试料置于 300 mL 锥形烧杯中,加入 25 mL 盐酸(4.3),盖上表皿,缓慢加热 5 min。

加入 20 mL 硝酸(4.7)和 15 mL 硫酸(4.8),加热蒸发溶液至约 5 mL。冷却,小心加入 50 mL 水,煮沸溶液。

冷却溶液至室温,通过中速滤纸过滤于 300 mL 烧杯中,用硫酸(4.9)充分冲洗烧杯和滤纸,并收集在同一烧杯中。

如果有酸不溶物存在,置滤纸和不溶残余物于铂坩埚(5.5)中,在 800 °C 马弗炉中灰化。将坩埚冷至室温,加入 2 mL 硫酸(4.8)、2 mL 硝酸(4.6)和 2 mL 氢氟酸(4.10),蒸至近干。冷却,加少量水溶解可溶盐。用中速滤纸过滤,将滤液和洗涤液并入原滤液中。

加热蒸发混合滤液至 60 mL~80 mL,冷却,加入 16 mL 盐酸(4.3),用水稀释至 100 mL。

如果试样中含铅,有可能损害铂坩埚。在这种情况下,酸不溶物应按如下方式进行处理:

用少量水将不溶物冲洗于一聚四氟乙烯烧杯中。然后将滤纸置于一个陶瓷坩埚中,放入 600 °C~700 °C 马弗炉中进行灰化,冷却坩埚至室温。

用少量的水将坩埚中物料洗入上述聚四氟乙烯烧杯中,加入 2 mL 硫酸(4.8)、2 mL 硝酸(4.6)和 2 mL 氢氟酸(4.10),然后蒸至近干。

冷却,加少量水溶解可溶性盐,用中速滤纸将溶液过滤。将滤液和洗涤液并入上述同一烧杯中。

如果滤纸中确定不含有锌,灰化的过程可以省略。

7.4 离子交换柱的制备

适合使用的离子交换柱示例见附录 A。放置吸水棉或玻璃棉垫于柱底部,厚度约 5 mm,以防柱中

的树脂在使用过程中流失。

用蒸馏水浸泡树脂一夜,使其成浆状。打开柱活塞,小心地将浆状树脂移入柱中形成固定层。当形成约为 16 mL 膨胀树脂固定层时关闭活塞,再在树脂顶部装入厚度约 5 mm 的吸水棉或玻璃棉。

任何时候,必须用液体覆盖树脂,因为树脂中混入空气会引起“沟流”,即在离子交换时会出现流速不均匀和效率降低。如果空气进入树脂层,建议倒空柱体,重新装填。

用活塞控制流速约 5 mL/min,将 100 mL 盐酸(4.5)通过柱体,要保证总是覆盖树脂。在任何情况下,先后将 100 mL 和 100 mL 盐酸(4.5)通过柱体,随时可以很快地将树脂再生。

7.5 离子交换柱中锌的吸附

将 7.3 获取的试液,以 5 mL/min 流速定量地通过离子交换柱。

用盐酸(4.5)冲洗烧杯,控制体积不超过 100 mL,将冲洗液也通过交换柱。连续排干柱体直到液体在顶部棉塞上只有 5 mm。

慢速将 100 mL 盐酸-抗坏血酸溶液(4.13)通过柱体,然后将 100 mL 盐酸(4.5)通过柱体。洗出液收集在 500 mL 烧杯中,废弃。

7.6 离子交换柱中锌的洗脱

在小于 5 mL/min 的流速下,用 180 mL 氨-氯化铵溶液(4.12)通过柱体,从树脂中洗脱出吸附的锌。收集洗脱液于 500 mL 烧杯中。下次使用前,应按 7.4 步骤将离子交换柱再生。

7.7 滴定

向 7.6 获取的交换柱洗脱液中加入 2 滴~3 滴对位硝基酚指示剂(4.17),再加盐酸(4.4),直到溶液颜色从黄至无色。

也可以用 pH 计代替对硝基酚指示剂来指示 pH 5.5~5.7。但在继续操作前,一定要用水将电极冲洗干净。

向溶液中依次加入 20 mL 缓冲溶液(4.16)、3 mL 氟化铵溶液(4.14)和 5 mL 硫代硫酸钠溶液(4.15),再加入 0.5 g 二甲酚橙指示剂(4.2),摇动溶解。用 Na₂EDTA 标准滴定溶液(4.18)滴定至颜色由红色变为黄色,记录所耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液的体积 V_t。

注:如果试料中含有镉,将与锌一起被洗脱,并参与 7.7 步骤中的滴定,因此必须单独测定镉,以便对锌结果进行校正。测定镉的方法见附录 C。锌精矿中其他常见元素的影响在附录 E 中讨论。

8 结果的表示

按式(3)计算试料中锌的质量分数 w_{Zn} ,数值以%表示:

$$w_{Zn} = \left[\frac{(V_t - V_b) \times f \times 100}{m} - 0.581w_{Cd} \right] \times \frac{100}{100 - H} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_t ——试液所消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液(4.18)的体积,单位为毫升(mL);

V_b ——空白试液所消耗 Na₂EDTA 标准滴定溶液(4.18)的体积,单位为毫升(mL);

f ——Na₂EDTA 标准滴定溶液(4.18)对锌的滴定系数,单位为克每毫升(g/mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

w_{Cd} ——试料中镉含量,以质量分数表示(%);

H ——试料吸湿水分含量,以质量分数表示(%)(如果是预干试料,H=0)。

计算结果保留至第 2 位小数。

9 精密度

9.1 精密度的表示

该分析方法的精密度用式(4)和式(5)表示:

$$s_r = 0.000\ 2 \bar{x} + 0.054\ 3 \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$s_L = 0.002\ 0 \bar{x} + 0.052\ 4 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

\bar{x} ——试样中锌平均含量,以质量分数表示(%);

s_r ——实验室内锌的标准偏差,以质量分数表示(%);

s_L ——实验室间锌的标准偏差,以质量分数表示(%)。

见附录 F。

9.2 获取最终结果的方法

见附录 D。

按附录 F 流程图,从平行结果 x_1 和 x_2 求出下列结果:

两组结果的平均值:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2}{2} \quad \dots\dots\dots(6)$$

室内标准偏差(重复性):

$$s_r = 0.000\ 2 \bar{x} + 0.054\ 3 \quad \dots\dots\dots(4)$$

重复性限:

$$r = 2.8s_r \quad \dots\dots\dots(7)$$

9.3 实验室间精密度

实验室间精密度是假定所有实验室采取同样步骤的前提下,用来测定 2 个以上实验室报告结果的一致性。

按式(8)~式(12)计算:

最终结果的平均值:

$$\mu_{12} = (\mu_1 + \mu_2)/2 \quad \dots\dots\dots(8)$$

实验室间标准偏差:

$$s_L = 0.002\ 0\mu_{12} + 0.052\ 4 \quad \dots\dots\dots(9)$$

实验室内标准偏差:

$$s_r = 0.002\ 0\mu_{12} + 0.054\ 3 \quad \dots\dots\dots(10)$$

允许差:

$$P = 2.8\sqrt{s_L^2 + (s_r^2/2)} \quad \dots\dots\dots(11)$$

范围:

$$E = |\mu_1 - \mu_2| \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

μ_1 ——实验室 1 报告的锌最终结果,以质量分数表示(%);

μ_2 ——实验室 2 报告的锌最终结果,以质量分数表示(%)。

如果 $E \leq P$,则最终结果一致、有效。

9.4 准确度检查

9.4.1 概要

通常用经过认证的标准样品(CRM)来校核分析方法的准确度。当精密度确认后,最终试验结果将与标准值 A_c 对比。

有下列两种可能:

$$|\mu_c - A_c| \leq C \quad \dots\dots\dots(13)$$

此情况表示报告结果与标准值无显著性差异。

$$|\mu_c - A_c| > C \quad \dots\dots\dots(14)$$

此情况表示报告结果与标准值有显著性差异。

式中:

μ_c ——标准样品中锌的最终测定结果,以质量分数表示(%);

A_c ——标准样品中锌的标准值,以质量分数表示(%);

C ——依据 9.4.2 规定的标准样品类型确定锌的常数量,以质量分数表示(%).

9.4.2 认证标准物质(CRM)或标准物质(RM)类型

9.4.2.1 简介

按 ISO 指南 35 来制备和认证标准物质。

9.4.2.2 多个实验室认证的标准物质:

$$C = 2\sqrt{s_L^2 + (s_r^2/n) + s^2\{A_c\}} \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中:

$s^2\{A_c\}$ ——定值方差;

n ——平行测定次数。

9.4.2.3 单个实验室认证的标准样品:

$$C = 2\sqrt{s_L^2 + (s_r^2/n)} \quad \dots\dots\dots(16)$$

尽量避免使用这种类型的标准样品,除非已知这种特殊类型的认证标准样品是一个无偏差定值。

10 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 试样标识;
- b) 采用的国家标准,如 GB/T 8151.18—2012/ISO 12739:2006;
- c) 试样中锌的含量,以质量分数表示(%);
- d) 测试日期;
- e) 测定过程中发生的可能影响试验结果的现象。

附 录 A
(规范性附录)

离子交换树脂和离子交换柱

A.1 离子交换树脂

本附录必须使用强基氯离子交换树脂,其粒度范围 150 μm ~300 μm (50 目~100 目)。

许多化学公司都生产这种树脂。以下列出比较著名的几种树脂:

Bio-Rad Analytical Grade Resin AG 1-X8;

Mitsubishi Chemical Co. -“Diaion”S. A. 100;

Dow Chemical Co. -“Dowex”1-X8;

Rohm & Haas Co. -“Amberlite”IRA 401;

Permutit-“Zerolit”FF;

Bayer“Lewatit”M5080;

Fisher “Rexyn”111;

Akzo Chemical Co. -“Imac”S5-50。

A.2 离子交换柱

代表性的离子交换柱见图 A.1。内径尺寸一般为 10 mm~12 mm,储存容器(嘴)体积约为 100 mL,树脂层的上下端使用吸水棉或玻璃棉塞,塞棉厚度为 5 mm。测定锌时,流速必须是 5 mL/min。测定前,为取得合适的流速,必须预先旋转活塞进行测定。

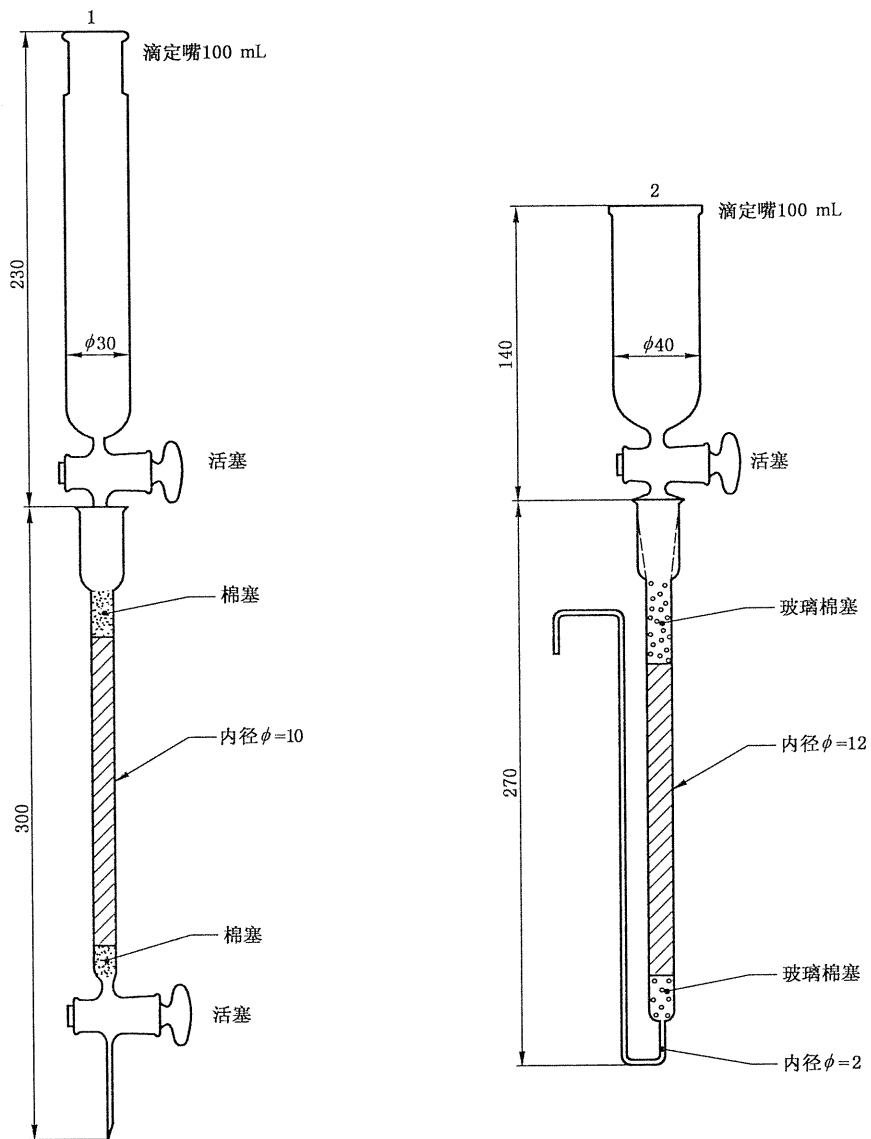


图 A.1 离子交换柱的类型和尺寸

附录 B
(规范性附录)

预干试料的制备和质量测定方法

B.1 范围

本附录规定了硫化锌精矿分析中预干试料的制备和质量测定方法。
本附录适用于不易氧化的且吸湿水分为 0.05%~2% 的硫化锌精矿。

B.2 方法提要

用于分析的试料在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中,于空气中干燥,干燥的试料称量后用于分析,这样就不需要校正吸湿水分含量。

B.3 试剂

B.3.1 干燥剂,如变色硅胶或无水高氯酸镁。

警告:处理废弃的高氯酸镁一定要小心,必须用流水冲入水槽中。

B.4 仪器

除普通实验室仪器外,还包括:

B.4.1 分析天平,感量 0.1 mg。

B.4.2 称量器皿,由玻璃或硅或其他耐蚀金属制成,具有密封盖。用于少量试料(小于 3 g),其质量总和也尽可能小(如小于 20 g)。

B.4.3 烘箱,能保持温度 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

B.5 步骤

B.5.1 称量器皿的准备

在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱(B.4.3)中干燥称量器皿和密封盖(B.4.2)1 h。然后将称量器皿和密封盖移至干燥器中,冷却至室温。

B.5.2 试料

称量干燥的称量器皿和盖(B.5.1),迅速地加入一定量用于分析的试样。这里不需要精确的试料和称量器皿的总质量。

B.5.3 干试料质量的测定

将盛有试料的未加盖的称量器皿和密封盖放入烘箱(B.4.3)中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的情况下干燥 2 h。

2 h 后,将称量器皿和干燥试料从烘箱中移出,盖上密封盖,置于干燥器中冷却至室温。将盛有干燥试料的称量器皿和密封盖移出干燥器,轻轻开盖后,立即关上,称重,质量记录为 m_4 ,精确至 0.1 mg。将试样转移至合适的分析器皿中,立即称重空的称量器皿和密封盖,记录为 m_5 ,精确至 0.1 mg。

对于新的不知特性精矿,建议在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 再次烘干 2 h,再称取包含试料的称量器皿及密封盖的质量(m_4'),精确至 0.1 mg。如果 m_4 与 m_4' 的差值不大于 0.5 mg,则认为试料已恒重。否则干燥和称重步骤须再次重复进行。

B.6 干试料质量的计算

干试料质量 m_6 (用 g 表示) 由式 (B.1) 给出:

$$m_6 = m_4 - m_5 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

m_4 ——干燥试料和称量器皿及密封盖的总质量,单位为克(g);

m_5 ——称量容器和密封盖的总质量,单位为克(g)。

干燥试料的质量用于干燥试料分析中元素含量计算,不需要进行吸湿水分校正。

附 录 C
(规范性附录)
原子吸收光谱法测定镉量

C.1 范围

本附录规定了硫化锌精矿中镉含量的测定方法。

本附录适用于硫化锌精矿中镉含量的测定。测定范围:0.05%~0.20%。

C.2 原理

用盐酸、硝酸和硫酸溶解试料,将溶液蒸发至干。用稀盐酸溶解可溶性盐,原子吸收光谱法测定镉量。

C.3 试剂

C.3.1 盐酸(ρ_{20} 1.16 g/mL~1.19 g/mL)。

C.3.2 盐酸(1+1):将 500 mL 盐酸(C.3.1)加入到 500 mL 水中。

C.3.3 硝酸(ρ_{20} 1.42 g/mL)。

C.3.4 硝酸(1+1):将 500 mL 硝酸(C.3.3)加入到 500 mL 水中。

C.3.5 硫酸(1+1):边搅拌边缓慢将 100 mL 硫酸(ρ_{20} 1.84 g/mL)加入到 100 mL 水中。

C.3.6 镉标准贮存溶液:微热溶解 0.500 0 g 高纯镉于 20 mL 稀硝酸(C.3.4)中。冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 镉。

C.3.7 镉标准溶液:用移液管移取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(C.3.6)至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 镉。当天配制。

C.4 仪器

C.4.1 A 级容量玻璃器皿,符合 ISO 385、ISO 648、ISO 1042 标准,按 ISO 4787 使用。

C.4.2 天平,感量 0.1 mg。

C.4.3 电热板。

C.4.4 原子吸收光谱仪。

C.5 步骤

称取 0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(C.3.1)和 5 mL 硝酸(C.3.3),盖上表皿,轻微煮沸。冷却,加入 5 mL 硫酸(C.3.5)。取下表皿,蒸发溶液至干。

冷却,加入 10 mL 稀盐酸(C.3.2)和 30 mL 水。微热溶解可溶性盐。用中速滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,再用水 10 mL 洗涤滤纸三次。冷至室温,加水稀释至刻度,用原子吸收光谱法测定镉含量。

C.6 原子吸收光谱法测定镉

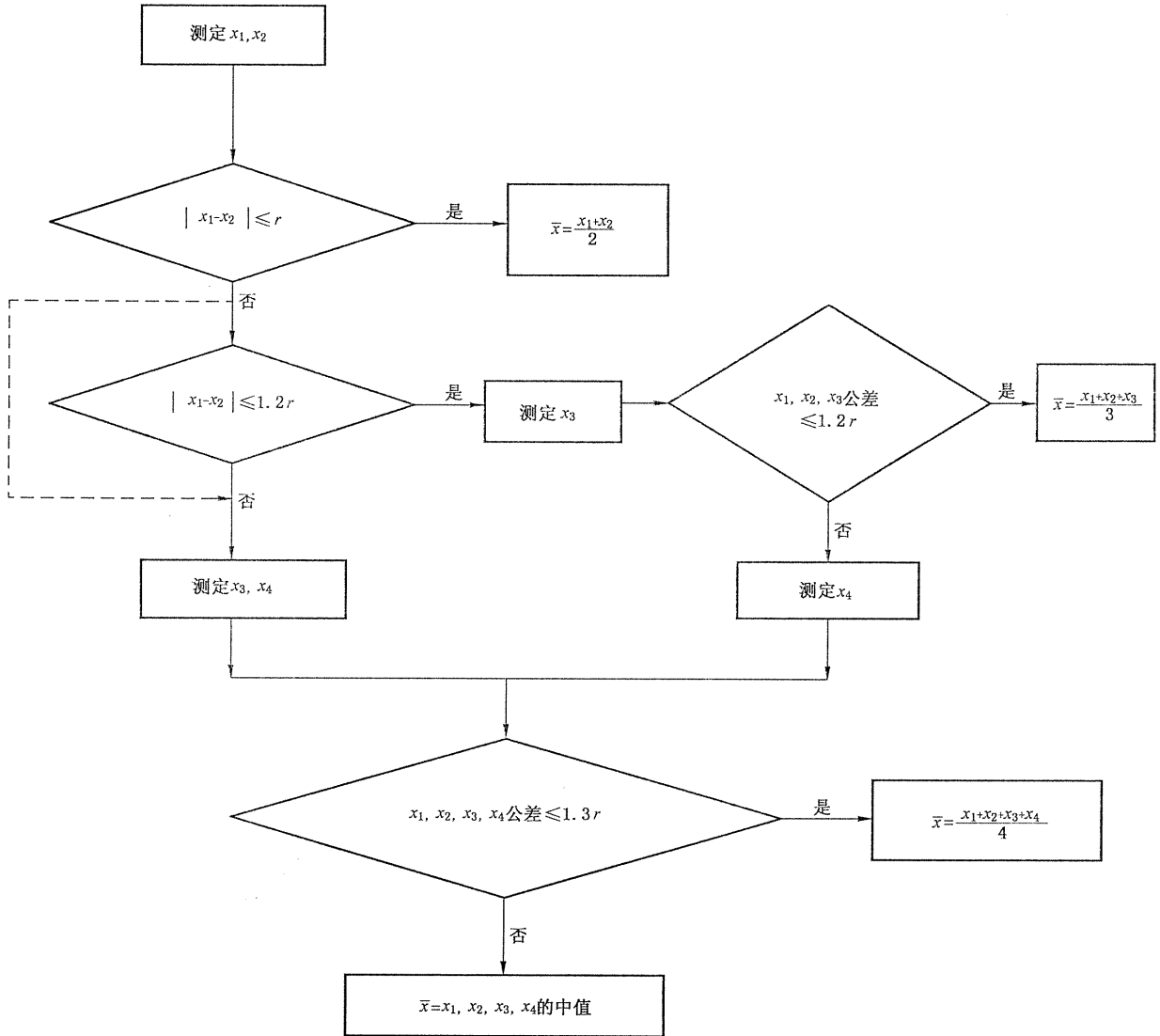
根据仪器说明书设定仪器条件。仪器参考条件如下。

镉空心阴极灯电流约 4 mA,狭缝宽 0.5 nm,波长 228.8 nm,使用氧化性乙炔-空气火焰。

轻轻旋转燃烧室直至 10 $\mu\text{g/mL}$ 的镉校准溶液给出 0.4 个单位的吸光度。

通过稀释镉标准溶液(C.3.7),配制出浓度分别为 2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 和 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 的三个标准校准溶液,用来校准仪器吸光度和含量间关系。吸取未知溶液就可以确定其镉含量,镉含量记为 w_{Cd} ,用来校正步骤 7 计算时的锌量。

附录 D
(规范性附录)
接受试样分析值流程图



说明：
r —— 在 9.2 中定义。

图 D.1 接受试样分析值流程图

附录 E
(资料性附录)
潜在干扰元素的影响

E.1 镉

镉与锌同时被洗脱,必须单独测定,以校正锌含量。

E.2 铅

在锌精矿中通常都含有铅。大量铅在 7.3 步骤过滤时被除去,滤液中的少量铅可以完全与锌分离。

E.3 铁

Fe(III)被盐酸-抗坏血酸溶液还原成 Fe(II),Fe(II)在 2 mol/L 稀盐酸溶液中不被离子交换树脂吸附。

E.4 铜

锌精矿中常见铜量没有干扰。

E.5 镍、钴、锰、钙和铝

在 2 mol/L 稀盐酸溶液中,离子交换树脂不吸附以上离子。

附 录 F
(资料性附录)
精密度方程的推导

F.1 引言

本附录有 9 个国家的 22 个试验室参与试验,有 5 种含量范围在 11%~62%(质量分数)的锌精矿样品用于锌含量测定。本试验程序确定了一般情况下的重复性与实验室内部、实验室之间的分析结果的再现性要求,执行标准为 ISO 5725:1986。

F.2 试验方案的设计

设计试验方案必须最大限度获取信息。每个精矿提供 2 个(两袋)样品给每个实验室,每个样品独立分析 2 次。

F.3 试验样品

本试验方案使用了 5 种锌精矿,其成分见表 F.1。

F.4 统计计算

统计计算过程在图 F.1 中图解说明。统计计算结果在表 F.2 和表 F.3 中进行扼要概述。相关试样对应的精密度(s_r 、 s_L 、 r 和 P)评价参见图 F.2。这些样品对应的回归方程已计算出并在表 F.2 中列出。

表 F.1 锌精矿样品成分

元素	单位	样品号				
		90-1	90-2	90-3	91-9	91-10
Zn	%	50	33	62	11	55
S	%	30	30	30	20	31
Fe	%	10	14	2	8	8
Pb	%	3	14	1	53	2
Si	%	2	2	—	2	1
Al	%	0.5	0.6	0.3	0.2	0.1
Cu	%	0.2	0.5	0.1	0.8	0.1
Ca	%	0.4	0.5	0.3	0.1	0.1
Mg	%	0.3	0.3	0.2	0.8	0.2
Cd	%	0.2	0.1	0.2	0.02	0.2
As	g/t	300	550	—	250	100
Sb	g/t	250	700	—	300	20
Ag	g/t	125	400	60	380	160
Co	g/t	40	90	<1	60	20
Tl	g/t	25	60	1	—	10
Ni	g/t	2	8	2	—	8
Bi	g/t	<1	<1	<1	1600	<1

样品来源：
 90-1 Mount Isa, 澳大利亚；
 90-2 Mount Isa, 澳大利亚；
 90-3 Polartis, 加拿大；
 91-9 Cobar, 澳大利亚；
 91-10 Hilton, 澳大利亚。

表 F.2 所有样品的精密度统计汇总

样品号	K_0	K	N_0	N	\bar{x}	r	P	s_r	s_L	s_L/s_r
90-1	20	20	74	73	49.292	0.184	0.495	0.065	0.169	2.59
90-2	20	20	74	74	32.768	0.214	0.362	0.076	0.116	1.53
90-3	20	18	74	66	62.031	0.136	0.536	0.048	0.187	3.90
91-9	20	20	74	73	10.878	0.128	0.320	0.045	0.075	1.66
91-10	20	20	74	74	55.387	0.205	0.428	0.072	0.142	1.97

回归方程
 $r=0.0005\bar{x}+0.1536$
 $P=0.0056\bar{x}+0.1571$

相关系数
 0.2417
 0.9523

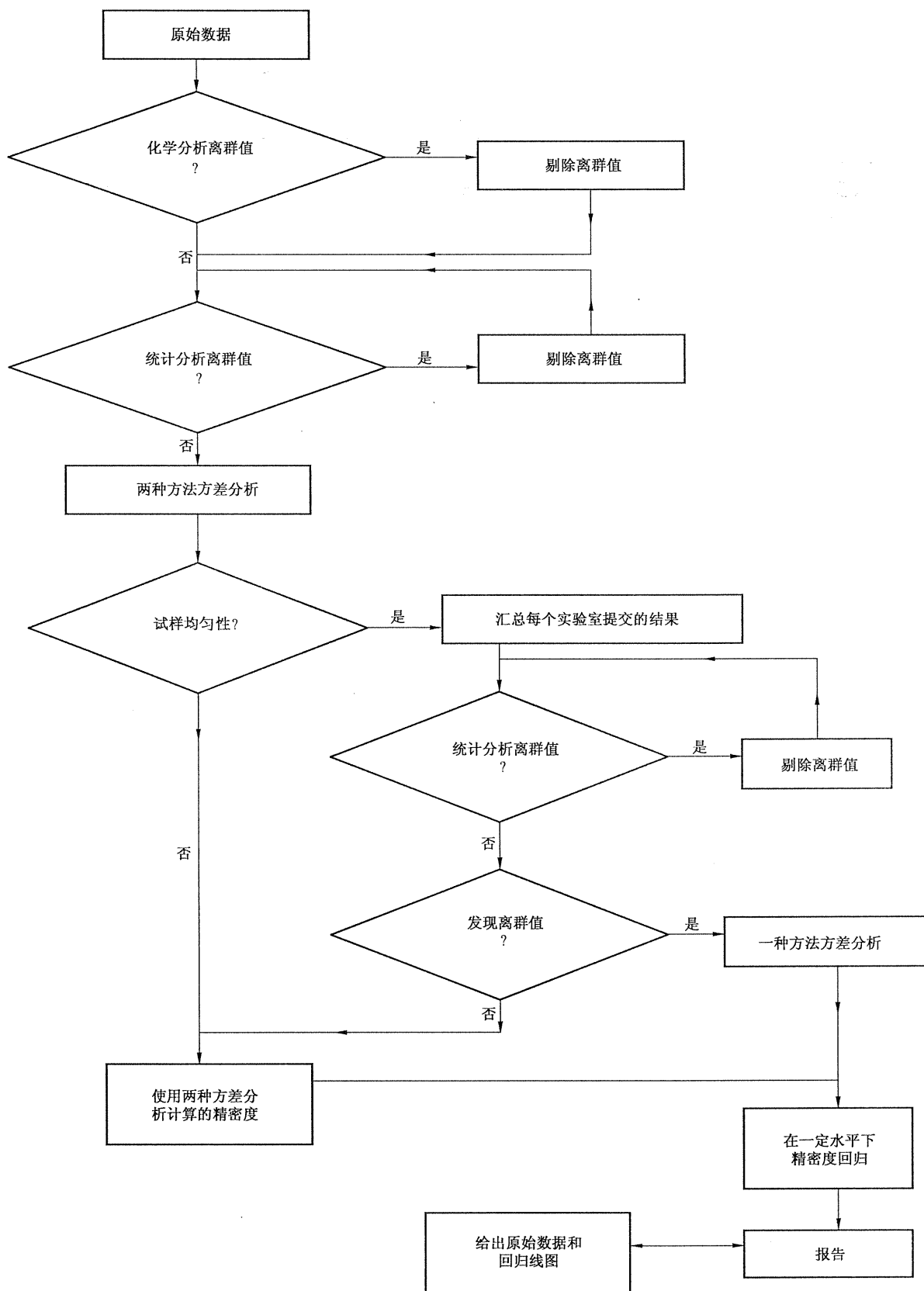


图 F.1 国际试验中分析数据统计计算流程图

表 F.3 离群值汇总

样品号	精密度 (科可伦统计)	准确度 (格拉布斯)	仅有一个结果的实验室	单个结果 (狄克逊)
90-1	—	—	—	DE3
90-2	AU4, DE3	—	—	—
90-3	—	—	—	—
91-9	—	—	—	—
91-10	—	—	—	—

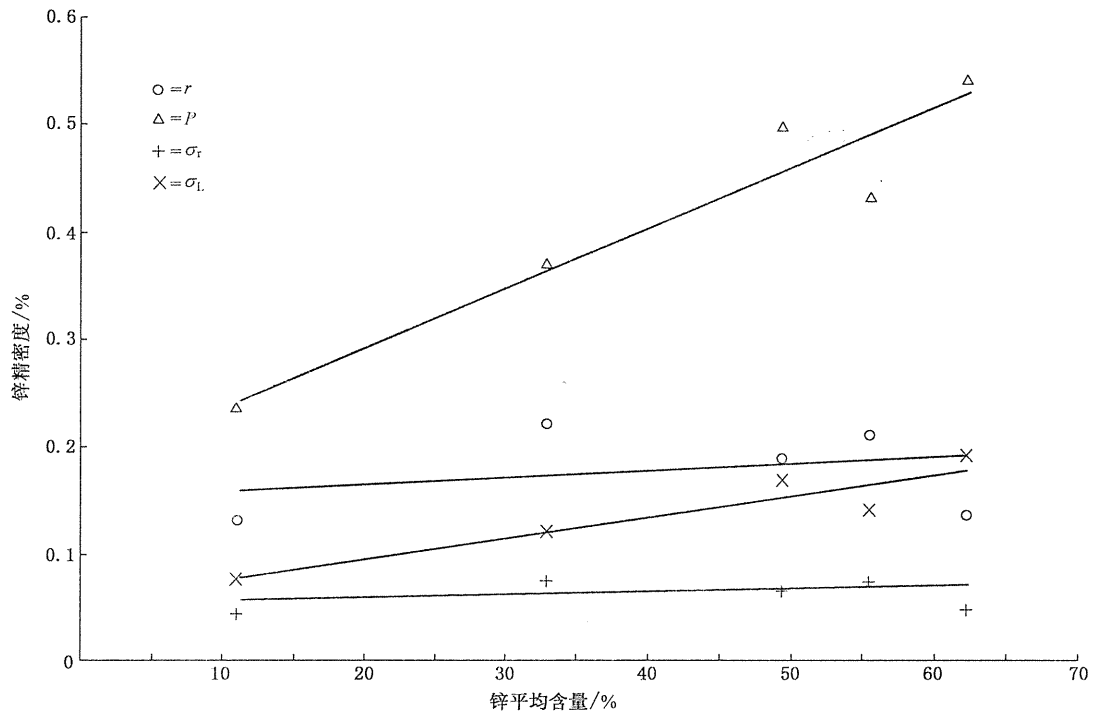


图 F.2 最小二乘法得出的精密度与锌平均含量的对应关系

中华人民共和国

国家标准

锌精矿化学分析方法

第 18 部分：锌量的测定

离子交换- Na_2EDTA 滴定法

GB/T 8151.18—2012/ISO 12739:2006

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

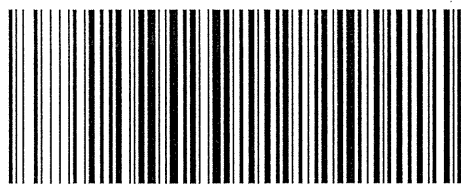
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 36 千字
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47155 定价: 9.00 元

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)68510107



GB/T 8151.18-2012

打印日期: 2013年6月24日 F007