

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1116.7—2016

锡阳极泥化学分析方法 第7部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of tin anode slime—

Part 7: Determination of antimony content—

Cerium sulfate titration

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

前 言

YS/T 1116—2016《锡阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铋量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：铜量、铅量和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：砷量的测定 碘滴定法；
- 第 5 部分：钢量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：金量和银量的测定 火试金法；
- 第 7 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法。

本部分为 YS/T 1116—2016 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分主要起草单位：北京矿冶研究总院、云南锡业股份有限公司、广州有色金属研究院。

本部分参加起草单位：广西华锡集团股份有限公司、广西冶金研究院有限公司。

本部分主要起草人：白艳华、谭凤、张天姣、黄葡英、蒯丽君、张威、梁铭超、后红、李志红、陈小雁、林珍、张富亮、覃辉平、张永进、张婷。

锡阳极泥化学分析方法

第7部分：铈量的测定

硫酸铈滴定法

1 范围

YS/T 1116 的本部分规定了锡阳极泥中铈量的测定方法。

本部分适用于锡阳极泥中铈量的测定。测定范围为 3.00%~20.00%。

2 方法提要

试料用硫酸分解,硫酸联胺还原,在硫酸-盐酸介质中,于 80℃~90℃ 温度下,以甲基橙、亚甲基蓝为指示剂,用硫酸铈标准滴定溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二级水。

3.1 硫酸钾。

3.2 硫酸联胺。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 磷酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.6 硫酸铈铵标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4] \approx 0.020 \text{ mol/L}$ 。

3.6.1 配制:称取 50 g 硫酸铈铵 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水,沿杯壁缓慢加入 300 mL 硫酸(3.3),低温加热、搅拌至溶解完全,冷却至室温,用脱脂棉过滤于试剂瓶中,用水稀释至 5 L,混匀。

3.6.2 标定:称取 0.050 g 金属铈($w_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$),精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 锥形瓶中,加入 1 g 硫酸钾(3.1)、30 mL 硫酸(3.3),沿杯壁吹少量水,加热至冒浓硫酸烟,取下,冷却,加入 0.1 g 硫酸联胺(3.2),沿杯壁吹少量水,继续加热至冒浓硫酸烟到瓶口,取下,冷却,加入 5 mL 磷酸(3.4),沿杯壁加入 50 mL 水,加热至沸腾,取下,加入 30 mL 盐酸(3.5)、4 滴甲基橙溶液(3.7)和 4 滴亚甲基蓝溶液(3.8),用硫酸铈铵标准滴定溶液滴定至红色消失,出现蓝色为终点,随同做空白试验。

硫酸铈铵标准滴定溶液的实际浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m}{60.88 \times (V_1 - V_2) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c —— 硫酸铈铵标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m —— 金属铈的质量,单位为克(g);

V_1 —— 标定所消耗的硫酸铈铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 —— 滴定空白溶液所消耗的硫酸铈铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);