

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1149.3—2016

锌精矿焙砂化学分析方法 第3部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法

Methods for chemical analysis of zinc concentrate roasting—
Part 3: Determination of sulfur content—
The combustion neutralization of titrimetric method

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
锌精矿焙砂化学分析方法
第3部分:硫量的测定
燃烧中和滴定法
YS/T 1149.3—2016

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年6月第一版

*

书号: 155066·2-31648

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 1149《锌精矿焙砂化学分析方法》分为以下 8 个部分：

- 第 1 部分：锌量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：酸溶锌量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 4 部分：可溶硫量的测定 硫酸钡重量法；
- 第 5 部分：铁量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：酸溶铁量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 7 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：酸溶二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 YS/T 1149 的第 3 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：株洲冶炼集团股份有限公司、河南豫光锌业有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、云南驰宏锌锗股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、白银有色集团股份有限公司。

本部分主要起草人：张晨、方迪、顾丽、岳应红、林叶、王睿、徐华、展宗波、陶青。

锌精矿焙砂化学分析方法

第3部分:硫量的测定

燃烧中和滴定法

1 范围

YS/T 1149 的本部分规定了锌精矿焙砂中硫量的测定方法。

本部分适用于氟含量 $<0.1\%$ 的锌精矿焙砂中硫量的测定。测定范围为 $1.00\% \sim 5.00\%$ 。

2 方法提要

试料在 $1\ 250\ ^\circ\text{C} \sim 1\ 300\ ^\circ\text{C}$ 空气流中燃烧,使其中硫转化成二氧化硫,用过氧化氢吸收使其氧化成硫酸,以甲基红-次甲基蓝为混合指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 线状氧化铜($w_{\text{CuO}} \geq 99.95\%$)。

3.2 硫酸铅基准试剂。

3.3 无水乙醇。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 过氧化氢吸收液:1 L 溶液中含 50 mL 过氧化氢(3.4)和 2 mL 甲基红-次甲基蓝混合指示剂(3.6)。

3.6 甲基红-次甲基蓝混合指示剂:甲基红乙醇溶液(1.2 g/L)和次甲基蓝溶液(1.6 g/L),使用前按等体积混合。

3.7 氢氧化钠标准滴定溶液($\approx 0.05\ \text{mol/L}$)。

3.7.1 配制:称取 3.0 g 氢氧化钠固体于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 煮沸并冷却的去离子水使其溶解,移入 5 L 塑料桶中,用煮沸并冷却的去离子水稀释至 5 L,混匀。

3.7.2 标定:准确称取 0.100 0 g 硫酸铅基准试剂(3.2)于瓷舟中,覆盖 0.3 g~0.4 g 线状氧化铜(3.1),按分析步骤 6.4.3、6.4.4 同时进行标定,记录消耗氢氧化钠的体积。

氢氧化钠标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m_1 \times 2 \times 10^3}{(V_1 - V_0) \times 303.26} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 —— 硫酸铅的质量,单位为克(g);

V_1 —— 标定时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);