



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23513.1—2009

---

## 锗精矿化学分析方法 第 1 部分：锗量的测定 碘酸钾滴定法

Chemical analysis methods for germanium concentrate—  
Part 1: Determination of germanium content—Potassium iodate titration

2009-04-08 发布

2010-02-01 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 23513《锆精矿化学分析方法》分为五部分：

- 第 1 部分：锆量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 硫酸钡重量法；
- 第 4 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 5 部分：二氧化硅量的测定 重量法。

本部分为第 1 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：云南临沧鑫圆锆业股份有限公司。

本部分参加起草单位：中金岭南韶关冶炼厂、湖南怀化市洪江恒昌锆业有限公司、南京锆厂有限责任公司、北京国晶辉红外光学科技有限公司。

本部分主要起草人：包文东、李贺成、普世坤、郑洪、高孟朝、王坚、孙燕。

# 锆精矿化学分析方法

## 第 1 部分：锆量的测定 碘酸钾滴定法

### 1 范围

GB/T 23513 的本部分规定了锆精矿中锆含量的测定方法。

本部分适用于锆精矿中锆含量的测定。测定范围：1.0%~70%。

### 2 方法原理

试料以氢氧化钠熔融，用磷酸及高锰酸钾抑制砷、锑、锡等的蒸馏逸出，在 3 mol/L 磷酸及 4.5 mol/L 盐酸中，以次亚磷酸钠还原四价锆为二价，以淀粉为指示剂，在 20 ℃ 以下，用碘酸钾标准溶液滴定。

### 3 试剂

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 碘化钾(KI)。
- 3.2 无水碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )。
- 3.3 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.4 次亚磷酸钠( $\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )。
- 3.5 高锰酸钾( $\text{KMnO}_4$ )。
- 3.6 氟化铵( $\text{NH}_4\text{F}$ )。
- 3.7 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.8 磷酸( $\rho$ 1.69 g/mL)。
- 3.9 硫酸( $\rho$ 1.83 g/mL)。
- 3.10 盐酸(1+1)。
- 3.11 盐酸(1+2)。
- 3.12 硫酸(2+1)。
- 3.13 磷酸(3+1)。
- 3.14 碳酸氢钠饱和溶液。
- 3.15 淀粉溶液(1 g/L)。
- 3.16 碘酸钾标准溶液 I

称取 1.000 0 g 预先在 130 ℃ 下烘干至恒重的基准  $\text{KIO}_3$  于 500 mL 烧杯中，加入 20 g 碘化钾(3.1)，0.5 g 无水碳酸钠(3.2)，200 mL 水，搅拌至完全溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，放置 24 h，浓度  $c(1/6\text{KIO}_3)$  为 0.028 04 mol/L。

#### 3.17 碘酸钾标准溶液 II

称取 3.566 7 g 预先在 130 ℃ 下烘干至恒重的基准  $\text{KIO}_3$  于 400 mL 烧杯中，加入 40 g 碘化钾(3.1)、无水碳酸钠 1.0 g(3.2)，200 mL 水，搅拌至完全溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水定容，混匀，放置 24 h，浓度  $c(1/6\text{KIO}_3)$  为 0.100 0 mol/L。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试料

- 4.1.1 样品经 105 ℃ 烘干至恒重，测定水分，并过 0.125 mm(120 目)分样筛。