

ICS 77.120.99

CCS H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX. 1—20XX

粗锑化学分析方法

第1部分：锑含量的测定 硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of crude antimony —

Part 1: Determination of antimony content —

Cerium sulfate titration method

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX《粗铋化学分析方法》的第1部分。

YS/T XXXX《粗铋化学分析方法》已发布3个部分：

——第1部分：铋含量的测定 硫酸铋滴定法；

——第2部分：金含量的测定 火试金重量法；

——第3部分：砷、铅、铜、硒和铁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件负责起草单位：锡矿山闪星铋业有限责任公司、长沙矿冶研究院有限公司。

本文件起草单位：锡矿山闪星铋业有限责任公司、湖南安化渣滓溪矿业有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、湖南辰州矿业有限公司、长沙矿冶研究院有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、水口山有色金属集团有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、华南理工大学、贵州分析测试研究院、云南驰宏锌锗股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、昆明冶金研究院有限公司、北矿检测技术有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、紫金铜业有限公司、白银有色集团股份有限公司。

本文件主要起草人：崔德海、宋应球、张小辉、张敏、刘娟、叶芳芳、喻星、张俊峰、谭文军、吴少波、左花、邓渊明、向洁、王飞虎、游超群、廖子慧、林韶阳、戴凤英、孙松、程林、郝慧芳、刘维理、蒯丽君、刘晓玲、廖彬玲、魏晶晶、余灿辉、陈玉霞、万芒、陈露、钱俊妃、陈雄飞、杨伟、陈殿耿、张璐、李文英、王晓琴。

## 引言

铈在工业中有着广泛的用途，其中大部分用于橡塑阻燃协效剂、聚酯催化剂、玻璃澄清剂、合金产品、电子产品、火工产品等工业领域。在铈品市场贸易中，存在一种经铈反射炉、鼓风机、铈白炉等冶金炉火法熔炼及铈金复合矿湿法冶炼等所得的半成品——粗铈，其中大部分含有不同量的金。产品标准 YS/TXXX—2021《粗铈》已于 XXX 发布实施，其中的主含量铈，杂质砷、铅、铜、硒、铁含量和计价元素金含量等必须测定。因此，需建立一套与之配套的化学分析方法标准。本标准已发布 3 个部分。

——第 1 部分：铈含量的测定 硫酸铈滴定法；

——第 2 部分：金含量的测定 火试金重量法；

——第 3 部分：砷、铅、铜、硒和铁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件的制定是基于供需双方的需求，统一了粗铈化学分析方法。对于保证粗铈产品质量及减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷具有重要作用。

# 粗锑化学分析方法

## 第 1 部分：锑含量的测定

### 硫酸铈滴定法

#### 1 范围

本文件规定了粗锑（铅含量不大于 3%）中锑含量的测定方法。

本文件适用于粗锑（铅含量不大于 3%）中锑含量的测定。测定范围：80.00%~99.00%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该注日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试料用硫酸-硫酸钾分解，以滤纸碳化后作还原剂和助溶剂，在盐酸介质中，以甲基橙为指示剂，在 80 °C~90 °C 用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液红色消失为终点，根据硫酸铈标准滴定溶液的消耗量计算锑含量。

#### 5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂。

5.1 水，符合 GB/T 6682 中规定的实验室三级水及以上纯度的水。

5.2 硫酸钾。

5.3 硫酸 ( $\rho=1.84$  g/mL)。

5.4 盐酸 ( $\rho=1.19$  g/mL)。

5.5 磷酸 ( $\rho=1.69$  g/mL)。

5.6 硫酸 (1+1)。

5.7 盐酸 (1+1)。

5.8 硫酸铈标准滴定溶液 ( $c_{Ce(SO_4)_2} \approx 0.1$  mol/L)。

a) 配制：称取 40.50 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，置于 1000 mL 烧杯中，加入 30 mL 硫酸（5.3），搅拌均匀，在电炉上逐渐升温加热溶成糊状，并冒硫酸白烟约 20 min，取下冷却，加入 300 mL 硫酸（5.6），搅拌溶解至清亮，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

b) 标定：称取四份 0.20 g（精确到 0.0001 g）纯铈 $[\text{w}_{\text{Sb}} \geq 99.99\%]$ ，分别置于 300 mL 锥形瓶中，以少量水润湿，加入 12 mL 硫酸（5.3），加热溶解至清亮，取下冷却。以下操作按 7.4.2 执行。

随同标定做空白试验。

按公式（1）计算硫酸铈标准滴定溶液（5.8）的实际浓度：

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 60.88 \times 10^{-3}} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$c$ ——硫酸铈标准滴定溶液（5.8）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）；

$V_1$ ——标定时，滴定铈溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液（5.8）的体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——标定时，滴定空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液（5.8）的体积，单位为毫升（mL）；

60.88——铈（1/2Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

取四份标定结果的平均值为硫酸铈标准滴定溶液（5.8）的实际浓度，保留到小数点后第4位。平行标定所消耗硫酸铈标准滴定溶液（5.8）浓度的极差值不超过 0.0003 mol/L，否则重新标定。

5.9 甲基橙指示剂(1 g/L)。

## 6 样品

6.1 样品粒度应不大于 0.100 mm。

6.2 样品应在 100 °C ~ 105 °C 烘干 1 h，置于干燥器中冷却至室温。

## 7 试验步骤

### 7.1 试料

称取 0.20 g 样品（6），精确至 0.0001 g。

### 7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 7.4 测定

7.4.1 将试料（7.1）置于 300 mL 锥形瓶中，加入 2 g 硫酸钾（5.2），以少量水润湿，加入 15 mL 硫酸（5.3），置于电炉上加热溶解，冒白烟至瓶口时降低温度，盖上表面皿，在保持溶液微沸的温度下溶解 30 min。取下稍冷，加入约 10 cm<sup>2</sup> 定性滤纸炭化后，继续加热至溶液的暗红色消失，取下冷却。

7.4.2 加入 40 mL 水、30 mL 盐酸（5.7），混匀，煮沸，加入 5 mL 磷酸（5.5），加入两滴甲基橙指示

剂（5.9），在保持溶液 80 °C ~ 90 °C 的温度下，用硫酸铈标准滴定溶液（5.8）滴至溶液的红色恰好消失，即为终点。

## 8 试验数据处理

锑含量以锑的质量分数  $w_{Sb}$  计，按公式（2）计算：

$$w_{Sb} = \frac{c \cdot (V_2 - V_3) \times 60.88 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

$c$ ——硫酸铈标准滴定溶液（5.8）的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_2$ ——测定时，滴定试料溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液（5.8）的体积，单位为毫升（mL）；

$V_3$ ——测定时，滴定空白试液消耗硫酸铈标准滴定溶液（5.8）的体积，单位为毫升（mL）；

60.88——锑（1/2 Sb）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后两位。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ $r$ ），超过重复性限（ $r$ ）的情况不超过 5%，在测定范围内，重复性限（ $r$ ）为 0.48 %。测定的原始数据见附录 A.1。

### 9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ $R$ ），超过再现性限（ $R$ ）的情况不超过 5%，在测定范围内，再现性限（ $R$ ）为 0.78 %。

## 10 试验报告

试验报告所包括的内容至少应给出以下几个方面：

- 试验对象；
- 使用的标准（YS/TXXX）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A  
(资料性)  
精密度试验原始数据

精密度数据是由 17 家实验室对 4 个不同水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品在重复性条件下独立测定 7 次~11 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	$W_{Sb}/\%$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	83.63	83.78	83.48	83.63	83.63	83.33	83.33	83.33	83.48	83.48	83.33
	2	94.82	94.67	94.97	94.97	94.94	94.55	94.68	94.81	94.94	94.81	94.72
	3	96.74	96.92	96.79	96.89	96.89	97.05	96.92	96.74	96.76	97.19	96.89
	4	98.07	97.63	98.07	98.07	97.78	97.96	97.96	97.79	97.92	97.92	97.92
2	1	83.60	83.57	83.51	83.59	83.81	83.49	83.59	83.42	83.62	83.46	83.47
	2	94.90	94.88	94.76	94.51	94.49	94.57	94.80	94.66	94.76	94.72	94.68
	3	96.91	96.78	96.51	96.57	96.59	96.72	96.72	96.72	96.63	96.82	96.77
	4	98.19	98.10	98.03	97.93	98.15	97.95	97.98	97.90	98.00	97.96	97.96
3	1	83.21	83.18	83.43	83.15	83.40	83.69	83.42	83.37	83.69	83.42	83.69
	2	94.69	94.62	94.21	94.45	94.48	94.48	94.71	94.62	94.87	94.67	94.45
	3	96.19	96.53	96.22	96.43	96.70	96.43	96.53	96.49	96.46	96.70	96.46
	4	97.77	98.20	98.22	97.76	98.03	98.22	98.20	98.03	98.30	98.20	98.47
4	1	83.44	83.41	83.42	83.46	83.39	83.44	83.32	83.38	83.39	83.44	83.47
	2	94.43	94.69	94.56	94.55	94.68	94.59	94.68	94.53	94.76	94.71	94.62
	3	96.67	96.84	96.69	96.79	96.85	96.72	96.65	96.71	96.82	96.76	96.86
	4	98.24	98.19	98.14	97.99	97.97	98.01	98.14	98.24	98.02	98.04	98.08
5	1	83.11	83.27	83.17	83.17	83.30	83.17	83.27	83.24	83.46	83.33	83.43
	2	94.58	94.61	94.74	94.49	94.97	94.65	94.74	94.74	94.65	94.71	94.65
	3	96.24	96.59	96.34	96.30	96.18	96.34	96.30	96.34	96.37	96.27	96.37
	4	97.83	97.99	97.99	98.02	98.31	97.93	97.93	97.96	97.93	97.90	97.90
6	1	83.44	83.35	83.95	83.39	83.81	83.72	83.58	83.77	83.63	84.00	84.14
	2	94.82	94.91	95.28	95.10	95.38	95.38	95.47	94.72	94.72	95.65	94.54
	3	96.31	96.35	95.98	96.77	96.40	96.68	96.21	96.12	96.59	96.49	96.21
	4	97.33	97.61	97.71	97.24	96.73	97.80	97.89	97.15	97.24	97.99	98.08



表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	Wsb/%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
7	1	83.45	83.47	83.50	83.69	83.56	83.36	83.27	83.55	83.61	83.47	—
	2	94.86	94.86	94.82	94.97	94.99	94.98	94.71	94.88	94.82	94.75	—
	3	96.80	96.88	97.05	96.91	97.09	96.78	97.13	97.13	96.74	97.26	—
	4	97.78	97.64	97.80	97.87	98.11	97.96	97.75	97.75	97.87	97.99	—
8	1	83.76	83.18	83.50	83.47	83.87	83.42	83.15	83.65	83.31	83.26	83.39
	2	94.69	94.50	94.98	94.90	94.58	94.46	94.54	94.65	94.61	94.70	94.88
	3	96.47	96.95	96.35	96.68	96.74	96.41	96.97	96.78	96.59	96.42	96.90
	4	98.05	97.83	97.97	97.99	98.22	98.21	97.87	97.63	98.22	97.70	97.63
9	1	83.50	83.45	83.78	83.66	83.40	83.37	83.70	83.66	83.41	83.60	83.35
	2	94.66	94.96	94.73	94.97	94.79	94.93	94.79	94.92	94.69	94.89	94.69
	3	96.89	96.89	96.70	96.76	96.97	96.80	97.10	97.10	96.84	96.88	96.88
	4	97.84	98.02	97.97	98.00	97.76	97.77	98.02	97.75	97.97	98.07	97.83
10	1	82.89	82.99	83.07	83.51	83.78	82.97	83.17	83.24	83.37	83.18	83.20
	2	94.59	94.48	94.58	94.62	94.50	94.55	94.72	94.66	94.56	94.55	94.59
	3	96.95	96.64	96.90	96.75	96.55	96.86	96.77	96.82	96.98	96.97	96.82
	4	97.74	97.76	98.02	97.80	97.86	97.50	97.55	97.67	97.79	97.83	97.86
11	1	83.31	83.39	83.02	83.49	83.75	83.62	83.82	83.45	83.75	83.49	83.28
	2	94.71	94.53	95.02	95.05	94.60	95.15	94.72	94.72	95.08	94.89	94.64
	3	96.42	96.55	96.30	96.79	97.10	96.45	96.69	96.73	97.10	96.38	96.52
	4	97.99	97.88	98.13	97.73	97.81	97.93	98.05	97.65	98.40	98.02	98.34
12	1	83.30	83.69	83.44	82.96	82.95	82.83	82.89	83.06	—	—	—
	2	94.58	94.71	94.58	94.65	94.57	94.48	94.21	94.36	—	—	—
	3	96.37	96.55	96.36	96.31	96.08	96.10	96.37	96.18	—	—	—
	4	97.75	98.26	98.22	97.68	98.09	97.69	98.03	98.29	—	—	—
13	1	83.48	83.33	83.56	83.57	83.49	83.38	83.30	83.46	83.58	83.64	83.37
	2	94.97	94.90	94.79	94.86	94.65	94.91	94.88	94.71	95.02	94.75	94.85
	3	96.89	96.82	96.66	96.80	96.79	96.89	96.94	96.99	96.74	96.99	96.62
	4	97.64	97.99	97.71	97.92	97.85	97.90	97.86	97.79	97.99	97.80	97.92

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	WSb/%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
14	1	83.50	83.69	83.42	83.79	83.44	83.81	83.45	—	—	—	—
	2	94.56	94.71	94.49	94.89	94.51	94.51	94.48	—	—	—	—
	3	96.79	97.19	97.26	96.98	96.80	97.11	96.95	—	—	—	—
	4	97.87	97.91	97.98	97.97	97.92	97.83	97.99	—	—	—	—
15	1	83.16	83.46	83.23	83.33	83.29	83.19	83.41	83.42	83.36	83.22	83.17
	2	94.38	94.39	94.65	94.99	94.78	95.01	94.56	94.77	94.64	94.55	94.78
	3	96.87	96.53	96.46	96.38	96.61	96.48	96.78	96.66	96.51	96.39	96.48
	4	97.65	97.79	97.83	97.63	97.99	98.06	97.77	97.59	97.90	98.16	97.71
16	1	83.27	83.30	83.55	83.60	83.70	83.77	83.68	83.38	83.50	83.71	83.67
	2	94.95	94.83	94.90	94.92	94.87	94.93	94.77	94.96	94.55	94.65	94.68
	3	97.25	96.78	97.20	97.12	97.30	96.95	97.22	97.25	96.80	96.88	96.90
	4	98.29	97.97	97.85	97.89	98.09	98.35	97.70	98.35	98.12	97.88	98.15
17	1	83.43	83.44	83.31	83.39	83.44	83.50	83.40	83.50	83.55	83.45	83.50
	2	94.57	94.62	94.57	94.57	94.52	94.62	94.59	94.62	94.57	94.62	94.65
	3	96.80	96.82	96.69	96.82	96.87	96.80	96.80	96.70	96.70	96.85	96.85
	4	97.92	97.94	97.81	97.94	97.86	97.81	97.92	97.89	97.88	97.90	97.85