

ICS 71.040.40

H 14

中华人民共和国国家质量监督
检验检疫总局备案号：47839-2016

DB53

云南省地方标准

DB53/T 723—2015

铜精矿冶炼污酸化学分析方法 铈量的测定 硫氰酸钾分光光度法

2015 - 11 - 10 发布

2016 - 02 - 01 实施

云南省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由云南省检验检测标准化技术委员会(YNTC17)归口。

本标准负责起草单位：云南铜业股份有限公司。

本标准参加起草单位：贵研资源（易门）有限公司、昆明冶金研究院。

本标准主要起草人：史谊峰、王传飞、房勇、张邦琪、李君、唐慧、舒波、周冬梅、吴志清、华宏全、杨坤彬、郑文英、代红坤、赵明、程婧娴、刘文、刘伟、林波、朱利亚。

铜精矿冶炼污酸化学分析方法 铈量的测定

硫氰酸钾分光光度法

1 范围

本标准规定了铜精矿冶炼污酸中铈测定的术语和定义、方法提要、试剂与材料、仪器与设备、分析步骤、结果计算、精密度等内容。

本标准适用于铜精矿冶炼污酸中铈量的测定。测定范围：4.0 mg/L~50.0 mg/L。

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，仅所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（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

铜精矿冶炼污酸

于高温冶炼铜精矿提取金属铜烟气净化过程中产生的污酸。

4 方法提要

试料用 EDTA、酒石酸络合共存离子，于碱性介质（pH 12~13）中，用四苯砷氯酸盐与铈形成过铈酸四苯砷络合物，三氯甲烷萃取与共存离子分离。于盐酸介质中，反萃取铈(VII)于水相，二氯化锡还原铈(VII)至铈(II)，硫氰酸钾与铈(II)形成橙黄色络合物，用乙酸乙酯萃取，分光光度法测定铈的质量浓度。

5 试剂与材料

除非另有说明，分析中所使用试剂应符合 GB/T 603 中分析纯的规定，试验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

5.1 无水硫酸钠。

5.2 三氯甲烷。

5.3 乙酸乙酯。

5.4 过氧化氢。

DB53/T 723—2015

- 5.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 5.6 盐酸(1+1)。
- 5.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(50 g/L)。
- 5.8 酒石酸溶液(300 g/L)。
- 5.9 氢氧化钠溶液(100 g/L)。
- 5.10 四苯砷氯盐酸盐溶液(10 g/L)。
- 5.11 四苯砷氯盐酸盐洗涤液(0.1 g/L, 氢氧化钠 0.8 g/L): 移取 10 mL 四苯砷氯盐酸盐溶液(5.10)、8 mL 氢氧化钠溶液(5.9)于 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。
- 5.12 硫氰酸钾溶液(350 g/L)。
- 5.13 二氯化锡溶液(200 g/L): 称取 10 g 二氯化锡于 50 mL 烧杯中, 加入 25 mL 盐酸(5.5), 低温溶解至溶液清亮。取下, 冷却, 转入 50 mL 容量瓶中, 摇动下用水稀释至刻度, 混匀。用时现配。
- 5.14 铯标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 高纯金属铯粉(质量分数大于 99.999%) (预先于 105 °C 烘箱中烘 2 h, 于干燥器中冷至室温。)于 300 mL 烧杯中, 加入 5 mL 过氧化氢(5.4), 盖上表面皿, 低温加热至完全溶解。取下, 趁热加入 10 mL 盐酸(5.5), 低温加热至微沸 3~5 min。取下, 冷却, 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1000 μ g 铯。或采用国家标准贮存溶液(1000 μ g/mL, 盐酸 10%)。
- 5.15 铯标准溶液: 移取 1.00 mL 铯标准贮存溶液(5.14)于 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸(5.5), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铯。
- 5.16 间苯二酚品黄指示剂(1 g/L)。
- 5.17 分液漏斗(容积, 60 mL)。

6 仪器与设备

- 6.1 紫外可见分光光度计。
- 6.2 分析天平, 感量: 0.1 mg。

7 试样

试样为液体, 应保存于塑料瓶中, 若有沉淀用双层滤纸干过滤或取上清液备用。警告——含有较高浓度的硫酸、氟离子, 取试样时需加小心。

8 分析步骤

8.1 试料

按表 1 移取试样, 精确至 0.01 mL。

表1 移取试样体积

铯质量浓度/(mg/L)	移取试样体积/mL
4.0~20.0	2.00
>20.0~50.0	1.00

8.2 测定次数

独立地进行二次测定，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 试料溶液的制备

移取试料(8.1)于分液漏斗(A)中，加入水至总体积约20 mL，加入4 mL EDTA溶液(5.7)、1.5 mL 酒石酸溶液(5.8)、1滴间苯二酚品黄指示剂(5.16)，滴加氢氧化钠溶液(5.9)至试液呈橙色，加入1 mL 四苯砷氯酸盐溶液(5.10)、8 mL 三氯甲烷(5.2)，萃取1 min。将下层有机相放入另一分液漏斗(B)中，再向水相中加入8 mL 三氯甲烷(5.2)，萃取1 min。合并有机相于分液漏斗(B)中，加入10 mL 四苯砷氯酸盐洗涤液(5.11)，萃取洗涤有机相15 s。将下层有机相放入分液漏斗(C)中，再向有机相中加入10 mL 四苯砷氯酸盐洗涤液(5.11)，萃取洗涤有机相15 s。将下层有机相放入150 mL 烧杯中，加入5 mL 盐酸(5.6)，盖上表面皿，磁力搅动反萃取3 min。将烧杯置于70~80 ℃的水浴中，驱尽有机相，用少量水吹洗烧杯壁和表面皿，继续蒸发至2~3 mL。取下，冷却。

8.5 测定

将试液(8.4)转入分液漏斗(D)中，用约15 mL 盐酸(5.6)洗涤烧杯，洗涤液转入分液漏斗(D)中。加入2 mL 硫氰酸钾溶液(5.12)、2 mL 二氯化锡溶液(5.13)，放置20 min。加入8 mL 乙酸乙酯(5.3)，激烈震荡萃取30 s。将有机相放入10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯(5.3)稀释至刻度，混匀。加入约0.10 g 无水硫酸钠(5.1)，混匀。用1 cm 比色皿，以乙酸乙酯(5.3)为参比，于430 nm 波长处，分别测量空白溶液(8.3)吸光度(A_0)和试液(8.4)吸光度(A_1)。计算络合物吸光度差($\Delta A_i = A_i - A_0$)。从工作曲线上查得铈量。

8.6 工作曲线的绘制

分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铈标准溶液(5.15)，置于分液漏斗中，加入约15 mL 盐酸(5.6)、2 mL 硫氰酸钾溶液(5.12)、2 mL 二氯化锡溶液(5.13)，以下按8.5进行测定，以铈量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。铈工作曲线相关系数不小于0.9990。

9 结果计算

按公式(1)计算铈的质量浓度，数值按GB/T 8170表示和判定。

$$\omega_{\text{Re}} = \frac{\rho}{V} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

ω_{Re} ——试样中铈的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

ρ ——自工作曲线上查得铈量，单位为微克(μg)；

V ——试液体积，单位为毫升(mL)。

所得结果应保留至小数点后一位。

10 精密度

10.1 重复性限

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)的情况应不超过5%。铈重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得：

表2 重复性限

铈质量浓度/(mg/L)	重复性限(r)/(mg/L)
5.6	0.4
16.3	0.5
20.0	0.6
30.0	0.8
39.9	0.9
50.0	1.0

10.2 允许差

两个实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表3 允许差

铈质量浓度/(mg/L)	允许差/(mg/L)
4.0~10.0	1.0
>10.0~20.0	1.5
>20.0~30.0	2.0
>30.0~40.0	2.5
>40.0~50.0	3.0

11 试验报告

- 试样；
- 使用的标准；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。