

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 556.1—2009  
代替 YS/T 556.1—2006

---

### 锑精矿化学分析方法 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法

Methods for chemical analysis of antimony concentrates—  
Part 1: Determination of antimony content—  
Cerium sulfate titration method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

---

## 前 言

YS/T 556—2009《锑精矿化学分析方法》共有 16 个部分：

- 第 1 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 5 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法；
- 第 9 部分：金量的测定 火试金法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：锑、锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：锑等金属量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 556 的第 1 部分。

本部分代替 YS/T 556.1—2006《锑精矿化学分析方法 锑量的测定》(原 GB/T 15080.1—1994)。

与 YS/T 556.1—2006 相比,本部分有如下变动：

- 测定上限由 65% 延伸到 70%；
- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：崔德海、宋应球、姚兴娜、廖静波、张威、戴凤英、吴少波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15080.1—1994；
- YS/T 556.1—2006。

# 铈精矿化学分析方法

## 第 1 部分：铈量的测定

### 硫酸铈滴定法

#### 1 范围

YS/T 556 的本部分规定了铈精矿中铈量的测定方法。

本部分适用于铈精矿中铈量的测定。测定范围：5.00%~70.00%。

#### 2 方法提要

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，加磷酸掩蔽高价铁离子，以甲基橙为指示剂，在 80℃~90℃用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液红色消失为终点。

#### 3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

3.1 硫酸钾。

3.2 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 磷酸( $\rho$ 1.70 g/mL)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 甲基橙指示剂(1 g/L)。

3.8 硫酸铈标准滴定溶液 [ $c_{\text{Ce}(\text{SO}_4)_2}$  约 0.1 mol/L]。

3.8.1 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 1 000 mL 烧杯中，加入 30 mL 硫酸(3.2)，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 140 mL 硫酸(3.2)，再缓缓加入 400 mL 水，搅拌溶解至清亮，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.8.2 标定：称取三份 0.250 0 g 纯铈 ( $w_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$ )，分别置于 300 mL 锥形瓶中，以少量水润湿，加入 12 mL 硫酸(3.2)，加热溶解至清亮，取下冷却。以下操作按 5.4.2、5.4.3 进行。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的实际浓度：

$$\rho = \frac{m \times 2\,000}{(V_1 - V_0) \times 121.76} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——硫酸铈标准滴定溶液(3.8)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)；

$V_1$ ——滴定铈消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的体积，单位为毫升(mL)；

$V_0$ ——标定中空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的体积，单位为毫升(mL)；

121.76——铈的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

取三份标定结果的平均值为硫酸铈标准滴定溶液(3.8)的实际浓度。平行标定所消耗硫酸铈标准滴定溶液(3.8)体积的极差值不超过 0.10 mL。