

ICS 71.060.30
G 11

DB53

云南省地方标准

DB53/T 918—2019

高铁硫酸锌溶液中硫酸含量的测定 酸碱滴定法

地方标准信息服务平台

2019 - 05 - 15 发布

2019 - 08 - 15 实施

云南省市场监督管理局 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。

本标准由云南驰宏锌锗股份有限公司提出。

本标准由云南省检验检测标准化技术委员会（YNTC17）归口。

本标准起草单位：云南驰宏锌锗股份有限公司、云南永昌铅锌股份有限公司、保山市质量技术监督局、龙陵县市场监督管理局。

本标准主要起草人：朱国邦、段瑞华、李能高、王贤果、王家仁、王正奇、殷兆洪、高延粉、王家焕、杨荣平、匡志恩、张志军、鲁仕军、杨宏俊。

地方标准信息服务平台

高铁硫酸锌溶液中硫酸含量的测定

酸碱滴定法

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验，本部分并未提出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了高铁硫酸锌溶液中硫酸含量的测定方法。

本标准适用于高铁硫酸锌溶液中硫酸含量的测定。测定范围：2.50 g/L~110.00 g/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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

3.1 高铁硫酸锌溶液

湿法炼锌过程中铁含量大于2.50 g/L的酸性硫酸锌溶液。

4 方法提要

试料用氯化钙-EDTA混合溶液络合掩蔽铁、锌等元素，以溴甲酚绿-甲基红为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至终点溶液颜色由红色变为亮绿色，测定硫酸含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，分析中仅使用分析纯试剂和GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 氯化钙-EDTA混合溶液：称取12.5 g无水氯化钙于500 mL烧杯中，加水溶解，冷却后用水稀释至250 mL，此为溶液A；称取25 g乙二胺四乙酸二钠于500 mL烧杯中，加水溶解，冷却后用水稀释到250 mL，此为溶液B。将溶液A与溶液B混合，摇匀，加6滴溴甲酚绿-甲基红指示剂，加10 mL50%的氢氧化钠溶液，再用氢氧化钠标准滴定溶液（5.2）调至溶液由红色变为微红色。

5.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ ，按照GB/T 601的规定制备。

5.3 溴甲酚绿—甲基红指示液：溶液 I：称取 0.1g 溴甲酚绿，溶于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至 100 mL。溶液 II：称取 0.2g 甲基红，溶于乙醇（95%），用乙醇（95%）稀释至 100 mL。取 30 mL 溶液 I、10 mL 溶液 II，混匀。

6 仪器与设备

分析天平：感量 0.1 mg。

7 试样

用洁净的玻璃或塑料容器采集，过滤除去溶液中的残渣。如果样品有结晶物析出时，可加热至 50 °C ± 5 °C，待结晶物溶解后，再过滤除去溶液的残渣，冷却至室温。用滤液作试样。

8 分析步骤

8.1 试料

按表 1 移取试样（7），准确到 0.01 mL。

表 1 移取试样体积

硫酸含量 (g/L)	2.50~10.00	10.00~20.00	20~50	>50
移取体积 (mL)	5.00	2.00	1.00	0.50

8.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其算术平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

将试料（8.1）置于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 水，摇匀。加入 10 mL 氯化钙—EDTA 混合溶液（5.1），摇匀。加入 6 滴溴甲酚绿—甲基红混合指示剂（5.3），摇匀。用氢氧化钠标准滴定溶液（5.2）滴定至溶液由红色变为亮绿色即为终点，记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积。

9 试验数据处理

按式 (1) 计算硫酸含量。

$$\omega = \frac{(V_1 - V_2) \times 10^{-3} \times c \times \frac{M}{2}}{V} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω —— 试料中硫酸的含量，单位为克每升（g/L）；
- V₁ —— 试料测定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；
- V₂ —— 空白测定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
 M ——硫酸的摩尔质量的数值（ $M=98.08$ ），单位为克每摩尔（g/mol）；
 V ——试料体积，单位为毫升（mL）。
 计算结果保留至小数点后两位数字，数值修约按GB/T 8170 的规定执行。

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绝对差值不大于重复性限（ r ），大于重复性限（ r ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）按表1数据采用线性内插法求得。

表1 重复性限

硫酸含量/（g/L）	2.5	20	50	90
重复性限/（g/L）	0.13	0.25	0.31	0.35

10.2 再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（ R ），大于再现性限（ R ）的情况不超过5%，再现性限（ R ）按表2数据采用线性内插法求得。

表2 再现性限

硫酸含量/（g/L）	2.5	20	50	90
再现性限/（g/L）	0.17	0.32	0.36	0.40

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 使用的标准；
- 使用的方法；
- 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。

地方标准信息服务平台