



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23513.3—2009

---

## 锗精矿化学分析方法 第3部分：硫量的测定 硫酸钡重量法

Chemical analysis methods for germanium concentrate—  
Part 3: Determination of sulfur content—Barium sulfate gravimetry

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 3 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。

## 锆精矿化学分析方法

### 第 3 部分：硫量的测定 硫酸钡重量法

#### 1 范围

GB/T 23513 的本部分规定了锆精矿中硫含量的测定方法。

本部分适用于锆精矿中硫含量的测定。测定范围：0.5%~10%。

#### 2 方法原理

试料以氯酸钾，硝酸分解，用氨水和碳酸铵将铁、铝等杂质沉淀分离，在盐酸溶液中与氯化钡形成硫酸钡沉淀，过滤，灰化后，称其质量，为总硫量；于另一等同试料中，经盐酸处理，挥发除去可溶性硫生成的硫化氢，试料中硫酸根用氯化钠浸出，以氨水，碳酸铵，分离铁、铅、单体硫，硫离子等杂质后再用氯化钡沉淀硫酸根。从总硫中减去硫酸根中硫量，为测定硫含量。

#### 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 氯酸钾(KClO<sub>3</sub>)。
- 3.2 碳酸铵((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)。
- 3.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。
- 3.4 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.5 氨水( $\rho$ 1.09 g/mL)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 盐酸(5+95)。
- 3.8 氯化钡(100 g/L)。
- 3.9 甲基橙指示剂(0.2%)。
- 3.10 氯化钠(200 g/L)。
- 3.11 三氯化铁溶液(1%)：称取 10 g 三氯化铁，加盐酸(3.4)溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 4 分析步骤

##### 4.1 试料

样品经磨细过 0.125 mm(120 目)分样筛后，称取 1.0 g 试料，精确至 0.000 1 g。

##### 4.2 测定次数

独立地进行 2 次测定，取其平均值。

##### 4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 4.4 总硫测定

4.4.1 将试料(4.1)置于 300 mL 烧杯中，加入 5 g 氯酸钾(3.1)及少量水，摇荡使呈泥状，加入 20 mL 硝酸(3.3)覆盖表皿，在室温放置分解 2 h，加热蒸至近干，移入低温处蒸干，加入 20 mL 盐酸(3.4)，然后加热溶解并蒸至近干，重复加 10 mL 盐酸(3.4)蒸至近干，移于低温处蒸干，再加 10 mL 盐酸(3.4)低温加热溶解可溶性盐类，取下[如试料中含铁小于 10 mg，应加入 2 mL 三氯化铁溶液(3.11)]。

4.4.2 试液(4.4.1)加水至体积约 100 mL，加热至近沸，取下，在搅拌下用氨水(3.5)生成氢氧化铁沉