|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 77.120.60 |
| CCS | H13 |

团体标准

T/HNNMIA XX—202X

锌精矿化学分析方法氯含量的测定氯化银比浊法

Chemical analysis methods for zinc concentrates -

Determination of chlorine content -

Silver chloride turbidimetric method

202X - XX - XX发布

202X - XX - XX实施

河南省有色金属行业协会  发布

1. 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。

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。

本文件由河南豫光锌业有限公司提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：河南豫光锌业有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、中州铝业有限公司

本文件主要起草人：徐淑敏、李艳晶、牛鹏波、周玲、耿翠翠、赵晓文、周君玲、张海丽、王阳阳、贾青、贺婕。

锌精矿化学分析方法

氯含量的测定

氯化银比浊法

* 1. 范围

本文件描述了锌精矿中氯含量的测定方法。

本文件适用于锌精矿中氯含量的测定。测定范围∶0.01%～0.20%。

* 1. 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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 方法原理

试样用硝酸振荡浸出，水浴加热，用硝酸银与氯离子与银离子生成氯化银悬浊液，于波长460nm处测其吸光度进行比浊测定，计算含量，用硝酸钡消除硫干扰。

* 1. 试剂与材料

除非另有说明外,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水符合GB/T6682规定的二级及以上纯度的水。

硝酸：（1+5）

硝酸：（2+1）

硝酸银溶液（20 g/L）

硝酸钡溶液（200 g/L）

氯标准贮存溶液：称取1.6487 g优级纯氯化钠（预先在500 ℃灼烧2h并冷却）于300mL烧杯中，加入100 mL水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此液1mL含1 mg氯。

氯标准溶液：移取5.00mL氯标准贮存溶液（5.5）于100 mL容量瓶中，以水定容。此溶液1 mL含50 μg氯。

* 1. 仪器设备

分光光度计。

电子天平 ，精度0.0001 g。

振荡器，振荡频率：300次/min，振动幅度：20-30mm。

* 1. 试样

样品粒度应通过100目的标准筛。

样品在100 ℃～105 ℃的烘箱中烘2 h后置于干燥器中，冷却至室温。

* 1. 分析步骤
     1. 试料

称取1.0000 g的样品，精确到0.0001 g。

* + 1. 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

* + 1. 空白试验

随同试料（7.1）做空白试验。

* + 1. 测定

称取试料（8.1）置于300 mL三角瓶中，加入100mL硝酸（5.1），在振荡器上振荡浸出1 h，取下。

在水浴锅中加热至60 ℃，加入20 mL硝酸钡溶液（5.4），将溶液移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置1 h后过滤。

移取20.00mL滤液至50mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（5.2），摇匀后，加入2 mL硝酸银溶液（5.3），用水稀释至刻度，混匀，于暗处放置30 min。

移取溶液于3cm比色皿中，以空白溶液为参比，于分光光度计波长460nm处测量吸光度。从工作曲线上查得相应的氯量。

* + 1. 工作曲线的绘制

移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL氯标准溶液（5.6）于一组50 mL容量瓶中, 以下按8.4.3进行。

移取部分溶液（8.5.1）于3cm比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长460nm处测量吸光度，以氯量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

* 1. 试验数据处理

氯的含量以氯的质量分数计，数值以%表示，按式（1）计算

()

式中：

m1——自工作曲线上查得的氯量，单位为微克（μg）；

V0——试液的总体积，单位为毫升（mL）；

V1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

m0——试样量，单位为克（g）；

计算结果表示至小数点后三位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

* 1. 精密度
     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%，重复性限（r）按表1数据采用线性内插法求得:

1. 重复性限

| ωCl | 0.024 | 0.059 | 0.075 | 0.11 | 0.17 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| r（%） | 0.001 | 0.004 | 0.007 | 0.01 | 0.02 |

* + 1. 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%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得。

1. 再现性限

| ωCl | 0.024 | 0.059 | 0.075 | 0.11 | 0.17 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| R（%） | 0.002 | 0.005 | 0.008 | 0.02 | 0.03 |

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列内容：

—试样；

—使用的标准（包括发布或出版年号）；

—使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

—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。

