

团 体 标 准

T/HNNMIA 5—2019

铝土矿用浮选捕收剂的化学分析方法 苯甲羟肟酸含量的测定 硫酸铁分光光度法

Chemical analysis methods of bauxite flotation collectors
Determination of benzohydroxamic acid content
Ferric sulfate photometric method

(征求意见稿)

2019-XX-XX 发布

2019-XX-XX 实施

河南省有色金属行业协会 发布

前 言

本技术标准按 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的有关规定编写。

本标准由河南省有色金属行业协会提出并归口

本技术标准起草单位：中铝中州铝业有限公司。

本技术标准主要起草人：张素霞 贾音 许慧慧 苏明珠 李景新 姜立萍 史红梅 傅英瑞

本标准为首次发布。

铝土矿用浮选捕收剂的化学分析方法

苯甲羟肟酸含量的测定

硫酸铁分光光度法

1 范围

本标准规定了捕收剂中苯甲羟肟酸含量的测定方法。

本标准适用于铝土矿浮选用捕收剂中苯甲羟肟酸含量的测定。 测量范围： ≥ 0.18 mg/mL。

2 规范性引用文件

下列文件对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 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

捕收剂 collector

捕收剂是使矿物表面疏水，提高矿物的可浮性，使其易于向气泡附着的浮选药剂。

4 方法原理

对捕收剂原液中的苯甲羟肟酸进行分离富集，用硫酸铁显色，在波长505nm测量溶液的吸光度。

5 试剂

本方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682 中规定的三级水(不含二氧化碳)或相当纯度的水。

5.1 三氯甲烷。

5.2 盐酸溶液：0.1mol/L。移取83ml（12 mol/L）浓盐酸，稀释至10L摇匀，密闭储存。

5.3 油酸钠溶液：8g/L。准确称取8g油酸钠(精确至 0.1mg)于事先装有热水的500ml烧杯中，在电炉上保温并搅拌直至完全溶解，冷却后定容至1L，密闭储存。

5.4 硫酸铁溶液：0.037mol/L：称取14.80 g硫酸铁溶于加有2滴浓硫酸的500mL水中，冷却后移入1000 mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

5.5 苯甲羟肟酸标准溶液：称取0.5g(精确至 0.1mg)苯甲羟肟酸（基准试剂）溶于水中，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL中含0.5mg苯甲羟肟酸。

6 仪器

6.1 分析天平（精确至0.1mg）。

6.2 分光光度计：波长范围320nm~800nm，精度要求0.2nm。

6.3 萃取净化振荡器：频率不低于200次/分钟。

6.4 分液漏斗：250mL。

7 试样

试样采回后应在 24 小时内测试完毕。

8 分析步骤

8.1 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

8.2 空白试验

随同试料做空白试验。

8.3 测定

8.3.1 移取 10.00 mL 捕收剂试样于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.3.2 移取 25.00 mL 制备液 (8.3.1) 于分液漏斗中，加入 4.5 mL 盐酸溶液 (5.2)，控制酸度为 PH=2.5 左右，加入 60 mL 三氯甲烷 (5.1)，用手轻微振荡后放出气体，于萃取净化振荡器上充分振荡 5 min，取下静置 15 min，弃去下层溶液。

8.3.3 移取 10.00 mL 上层清液于 50 mL 容量瓶中，加入 3.0 mL 硫酸铁溶液 (5.4)，用水稀释至刻度，混匀。

8.3.4 将部分试液 (8.3.3) 移入 1 cm 吸收皿中，于分光光度计波长 505 nm 处，以水为参比，测其吸光度。

8.3.5 将所测得试料溶液的吸光度，减去随同试料空白吸光度后，从工作曲线上查出相应的苯甲羟肟酸的浓度。

8.4 工作曲线的绘制

8.4.1 分别移取 0、10.00、20.00、30.00、40.00、50.00、60.00 mL 苯甲羟肟酸标准溶液 (5.5) 于一组 100 mL 容量瓶中，分别加入 30.0 mL 油酸钠溶液 (5.3)，用水稀释至刻度，混匀。此系列标准溶液中苯甲羟肟酸的浓度分别为 0、0.05、0.10、0.15、0.20、0.25、0.30 g/L。

8.4.2 分别移取 25.00 mL 系列标准溶液 (8.4.1) 于一组分液漏斗中，加入 4.5 mL 盐酸溶液 (5.2)，60 mL 三氯甲烷 (5.1)，以下按 8.3.2~8.3.4 进行。

8.4.3 将测得系列标准溶液的吸光度，减去试剂空白溶液的吸光度，以苯甲羟肟酸的浓度 (g/L) 为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 结果计算

按下式计算苯甲羟肟酸含量 c (mg/mL)：

$$c(\text{mg/mL}) = \frac{V_1}{V_0} c_i \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 —样品稀释体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 —样品体积，单位为毫升 (mL)；

c_i —在工作曲线上查得的苯甲羟肟酸的浓度，单位为克/升 (mg/mL)；

计算结果保留到小数点后 2 位，数据修约按 GB/T 8170 的规定进行。

10 方法的精密度

10.1 重复性

两个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超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%。重复性限按表 1 数据采用线性内插法求得。

表 1 重复性限

苯甲羟肟酸含量 (mg/mL)	1.30	3.40	4.60	5.59	7.29
重复性限 r (mg/mL)	0.04	0.08	0.10	0.13	0.15

10.2 再现性

两个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超过再现性限 (R) 的情况不超过5%。再现性限按表2数据采用线性内插法求得。

表2 再现性限

苯甲羟肟酸含量(mg/mL)	2.18	3.22	3.94
再现性限R (mg/mL)	0.074	0.103	0.153

11 质量保证和控制

每月用标准样品或控制样品进行校核。当过程失控时应找出原因，纠正后重新进行校核。