

### 铅阳极泥化学分析方法 第3部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of lead anode slime—  
Part 3: Determination of arsenic content—  
Potassium bromate titrimetric method

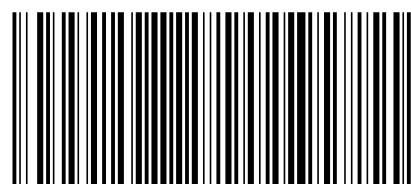
中华人民共和国有色金属  
行业标准  
铅阳极泥化学分析方法  
第3部分：砷量的测定  
溴酸钾滴定法  
YS/T 775.3—2011

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2012年7月第一版 2012年7月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-23661 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



YS/T 775.3-2011

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

式中：

- $c_{\text{KBrO}_3}$  —— 溴酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $m$  —— 砷的质量,单位为毫克(mg);  
 $V_1$  —— 滴定砷消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);  
 $V_0$  —— 滴定空白溶液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);  
 74.923 —— 砷的摩尔质量,单位为克每摩尔,(g/mol)。

#### 4 试样

- 4.1 试样粒度应不大于 0.090 mm。  
 4.2 试样应在 100 °C~105 °C 烘箱中烘干 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试样量

质量分数/%	试料/g
1.00~4.00	0.20
>4.00~10.00	0.10

##### 5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

##### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 5.4 测定

###### 5.4.1 试料的溶解

将试料(5.1)置于 500 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硫酸(3.3),加热溶解至清亮,取下,冷却。加入 1 g 尿素(3.1),约 3 cm<sup>2</sup> 定性滤纸,继续加热至黑色完全褪尽为止,取下,冷却。用水稀至 100 mL,加入 20 mL 盐酸(3.2),加热至溶液清亮,保持溶液温度为 40 °C~60 °C。

###### 5.4.2 滴定

加入 2 滴甲基橙指示剂溶液(3.5)和 4 滴次甲基蓝溶液(3.6)作指示剂,先用硫酸铈溶液(3.8)滴定至溶液刚变为蓝绿色,不计数。再加入 2 滴甲基橙溶液(3.5),用溴酸钾标准滴定溶液(3.9)滴定至蓝绿色,即为终点,记下滴定体积。

#### 6 分析结果的计算

按公式(2)计算砷的质量分数  $w_{\text{As}}$ ,数值以 % 表示:

## 前 言

YS/T 775—2011《铅阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法;
- 第 2 部分:铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法;
- 第 3 部分:砷量的测定 溴酸钾滴定法;
- 第 4 部分:锑量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法;
- 第 5 部分:金量和银量的测定 火试金重量法;
- 第 6 部分:铜量的测定 碘量法;
- 第 7 部分:砷、铜和硒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 3 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分与第 7 部分重叠含量范围的仲裁分析采用本部分的方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:陕西东岭冶炼有限公司。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位:铜陵有色金属集团控股有限公司、河池市南方有色冶炼有限责任公司、锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分主要起草人:杨萍、陈云红、李琴美、方淑琴、黄明山、韦永保、杨萍、龙小会。