

黑铜化学分析方法 第4部分：砷量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of low grade blister—
Part 4: Determination of arsenic content—Iodimetry

中华人民共和国有色金属
行业标准
黑铜化学分析方法
第4部分：砷量的测定 碘量法
YS/T 716.4—2009

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

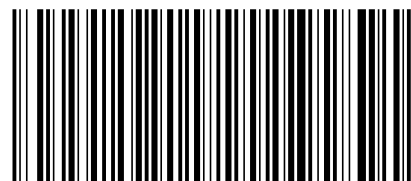
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7千字
2010年3月第一版 2010年3月第一次印刷

书号：155066·2-20537 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)68533533



YS/T 716.4—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

$$c = \frac{c_1 \cdot V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——碘标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_1 ——砷标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——移取的砷标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定砷标准溶液所消耗的碘标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4 试样

试样粒径如不能全部小于 0.44 mm,可分为筛上、筛下两部分,筛上部分粒径不大于 2 mm,筛下部分粒径不大于 0.44 mm。

5 分析步骤

5.1 试料

按筛分后的质量比合称 1 g,精确至 0.000 1 g。

独立地进行二次测定,取其平均值。

5.2 空白实验

随同试料做空白实验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸,低温加热至溶解完全,再加入 15 mL 硫酸(3.7)加热至冒烟 5 min,冷却后吹洗杯壁,再加热冒浓烟 5 min,驱尽硝酸(切勿蒸干),放置冷却。

5.3.2 沿杯壁向烧杯中加入 35 mL 水,搅拌后放置冷却,再加入盐酸(3.5)40 mL,搅拌溶解盐类,如果有不溶物,用快速滤纸过滤,滤液用 250 mL 烧杯承接,用盐酸溶液(3.6)洗涤烧杯 4 次,沉淀 8 次;如果没有沉淀则进入下一步。

5.3.3 逐份加入少量次磷酸钠,充分搅拌,直至溶液退色,如果有沉淀产生,则再过量 1.0 g,搅拌均匀,在 20 ℃~50 ℃放置 45 min,用慢速滤纸过滤,滤液滤入 300 mL 锥形瓶中,用次磷酸钠溶液(3.8)洗涤烧杯 4 次,洗涤沉淀 8 次(滤液体积控制在 150 mL 左右),弃去沉淀,滤液中补加 2.0 g 次磷酸钠;如果没有沉淀产生,则将溶液直接转入 300 mL 锥形瓶中,用 60 mL 盐酸溶液(3.6)洗涤烧杯 4 次,向溶液加入 3.0 g 次磷酸钠。

5.3.4 在锥形瓶口盖上表面皿,于低温处加热并保持微沸状态 30 min,使沉淀凝聚,取下冷却,用慢速滤纸过滤,用次磷酸钠溶液(3.8)洗涤锥形瓶 4 次及沉淀 6~8 次,然后用氯化铵溶液(3.9)洗涤锥形瓶 4 次,沉淀 8 次。

5.3.5 将沉淀连同滤纸移入原锥形瓶内,用滤纸片擦净漏斗边缘,放入锥形瓶中,加入 50 mL 碳酸氢钠溶液,根据砷含量的高低加入过量碘标准溶液(3.14),用玻璃棒捣碎滤纸,使滤纸成糊状(此溶液应保持碘的淡黄色,否则应补加碘标准液),然后加入 5 mL 淀粉溶液,滴加砷标准溶液(3.13)至蓝色消失,并过量 2 mL~3 mL,在不断摇动下,以碘标准溶液(3.14)滴至浅蓝色即为终点。

6 分析结果的计算

砷含量以砷的质量分数 w_{As} 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

$$w_{As} = \frac{c_1 \cdot (V_1 - V_0) - c_2 \cdot V_2}{5 \times m_0} \times 10^{-3} \times 74.92 \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

前 言

YS/T 716—2009《黑铜化学分析方法》共分 6 部分:

——第 1 部分:铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法;

——第 2 部分:金和银量的测定 火试金法;

——第 3 部分:铋、镍、铅、锑和锌量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 4 部分:砷量的测定 碘量法;

——第 5 部分:锡量的测定 碘酸钾滴定法;

——第 6 部分:砷、铋、镍、铅、锑、锡、锌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 716 的第 4 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位:长沙矿冶研究院。

本部分参加起草单位:铜陵有色金属集团控股有限公司、江西铜业集团公司。

本部分主要起草人:李志辉、杨林、陈述、樊占芳、陈慧汶。