

YS/T 461.4—2003

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 461.4—2003

混合铅锌精矿化学分析方法
砷量的测定 碘滴定法

The methods for chemical analysis of lead and zinc mixed concentrates
—The determination of arsenic content—The iodimetric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
混合铅锌精矿化学分析方法
砷量的测定 碘滴定法
YS/T 461.4—2003

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.bzchs.com

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 9 千字

2004年4月第一版 2004年4月第一次印刷

书号: 155066·2-15681 定价 8.00 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 461.4—2003

2003-12-29 发布

2004-05-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

m_1 ——基准物三氧化二砷的质量,单位为克(g);

V_1 ——标定时,滴定基准物三氧化二砷所消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——标定时,空白溶液所消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

197.84——基准物三氧化二砷的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定三份,测定值保留四位有效数字,其极差值不大于 1×10^{-7} mol/mL 时,取其平均值。否则重新标定。

3.3.2 亚砷酸钠标准溶液

3.3.2.1 配制:称取 1.6 g 亚砷酸钠于 250 mL 烧杯中,用水溶解,加入 4.0 g 碳酸氢钠(3.1.2),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.3.2.2 标定:移取 5.00 mL 亚砷酸钠标准溶液(3.3.2)于 250 mL 烧杯中,加 3 g 碳酸氢钠(3.1.2)、80 mL 水、5 mL 淀粉指示剂(3.4.2),用碘标准滴定溶液(3.3.1)滴定至蓝色出现为终点。

按式(2)计算碘标准滴定溶液对亚砷酸钠标准溶液的比值 K :

$$K = \frac{V_2}{V_3} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

K ——碘标准滴定溶液对亚砷酸钠标准溶液的比值,无量纲;

V_2 ——标定时,滴定亚砷酸钠标准溶液所消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——移取亚砷酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

3.4 指示剂

3.4.1 酚酞指示剂(1 g/L):称取 0.1 g 酚酞,用 100 mL 乙醇溶解。

3.4.2 淀粉指示剂(5 g/L):称取 0.5 g 可溶性淀粉于 200 mL 烧杯中,加少量水调成糊状,加 100 mL 沸水,充分搅拌,煮沸至透明。用时现配。

4 试样

4.1 试样应通过 0.100 mm 孔筛。

4.2 试样应在 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱中烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

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

$w(\text{As})/\%$	试料量/g
0.10~0.20	1.00
>0.20~1.00	0.50

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加 15 mL 硝酸(3.1.3),盖上表面皿,于电板上低温溶解 5 min,用水吹洗表面皿及杯壁,加入 5 mL 硫酸(3.1.4),加热冒烟至体积 2 mL,取下冷却。

5.3.2 用水吹洗表面皿及杯壁,加 100 mL 盐酸(3.2.1)(当试料中铋、铊含量高时,加入 0.5 g 酒石酸),1 mL 硫酸铜溶液(3.2.3),滴加氯化亚锡溶液(3.2.4)至黄色褪去,加 5 g 次亚磷酸钠(3.1.1),盖

前 言

本标准是新制定的标准。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司负责起草。

本标准由韶关冶炼厂起草。

本标准由白银有色金属公司、凡口铅锌矿参加起草。

本标准主要起草人:钟声扬。

本标准主要验证人:韦文辉、姚淑英、邓振立。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。