

### 铜阳极泥化学分析方法 第4部分：硒量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of copper anode slime—  
Part 4: Determination of selenium content—  
Iodine titration method

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
铜阳极泥化学分析方法  
第4部分：硒量的测定  
碘量法

YS/T 745.4—2010

\*

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](http://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 8千字  
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

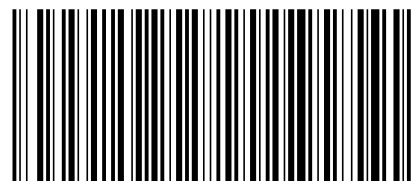
\*

书号：155066·2-21524 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 745.4—2010

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

式中:

$c$  ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$  ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$M$  ——重铬酸钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)  $\left[ M\left(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7\right) = 49.031 \right]$ ;

$m$  ——重铬酸钾的质量,单位为克(g)。

## 4 试样

4.1 试样粒度应不大于 0.098 mm。

4.2 试样应在 100 °C~105 °C 烘箱中烘干 2 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

## 5 分析步骤

### 5.1 试料

称取试样 0.50 g,精确到 0.000 1 g。

### 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 将试料(5.1)置于 250 mL 锥形烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.4),低温加热溶解,蒸发至 2 mL 左右,加入 5 mL 硫酸(3.5),加热至刚冒白烟,取下冷却,用少量水吹洗表皿及杯壁,继续加热至刚冒白烟,取下冷却,用少量水吹洗表皿及杯壁。

5.4.2 加入 100 mL 盐酸(3.2),加热至微沸,使可溶性盐类溶解。取下加 1 g~2 g 酒石酸(3.6)、2 g~4 g 盐酸羟胺(3.7),搅拌溶解。保持溶液微沸直至沉淀完全变黑后,用慢速滤纸过滤。

5.4.3 用盐酸(3.3)洗涤烧杯和沉淀各 5 次,水洗沉淀约 10 次。

5.4.4 将沉淀连同滤纸移入原烧杯中,加 10 mL 盐酸(3.1)、5 滴硝酸(3.4),置于 60 °C~70 °C 水浴上加热溶解,用玻璃棒将滤纸捣碎并搅拌,待沉淀完全溶解后,取下,加入 100 mL 水、2 g 尿素(3.8),煮沸 3 min,取下冷却至室温。

5.4.5 在充分搅拌下,加入 3 mL 淀粉溶液(3.9),用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.11)滴定约 2 mL 后,加入 2 滴碘化钾溶液(3.10),继续用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.11)滴定至蓝色消失。再加入几滴碘化钾溶液(3.10),继续滴定至蓝色消失,如此反复,直至加入碘化钾溶液(3.10)后溶液不变蓝色即为终点。

## 6 分析结果的计算

硒的含量以硒的质量分数  $w_{Se}$  计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

## 前 言

YS/T 745《铜阳极泥化学分析方法》分为 9 个部分:

——第 1 部分:铜量的测定 碘量法;

——第 2 部分:金量和银量的测定 火试金重量法;

——第 3 部分:铂量和钯量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体发射光谱法;

——第 4 部分:硒量的测定 碘量法;

——第 5 部分:碲量的测定 重铬酸钾滴定法;

——第 6 部分:铅量的测定  $Na_2EDTA$  滴定法;

——第 7 部分:铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和  $Na_2EDTA$  滴定法;

——第 8 部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;

——第 9 部分:锑量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 4 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

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:大冶有色金属有限公司。

本部分起草单位:江西铜业股份有限公司。

本部分参加起草单位:大冶有色金属有限公司、广州有色金属研究院、云南铜业股份有限公司、金川集团有限公司。

本部分主要起草人:梁亚群、张立云、邱继英、何梅、李必雄、吴慧、戴凤英、刘晓辉、陈渝滨、郑文英、杜涛、梁玉霞。