

7.2 再现性

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不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

$w_{As}/\%$	0.10	0.41	0.72	0.98
$R/\%$	0.03	0.06	0.08	0.10

8 试验报告

试验报告至少应包含以下内容:

- 试样;
- 使用的标准(YS/T 461.4—2013);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 461.4—2013
代替 YS/T 461.4—2003混合铅锌精矿化学分析方法
第4部分:砷量的测定
碘滴定法Methods for chemical analysis of lead and zinc bulk concentrates—
Part 4: The determination of arsenic content—
Iodimetric method

YS/T 461.4-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-26749

定价: 14.00 元

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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
第 4 部分：砷量的测定
碘滴定法

YS/T 461.4—2013

*

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 10 千字
2014 年 4 月第一版 2014 年 4 月第一次印刷

*

书号：155066·2-26749 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

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 烧杯中,用少量水润湿,加 15 mL 硝酸(3.4),盖上表面皿,于电热板上低温溶解 5 min,用水吹洗表面皿及杯壁,加入 5 mL 硫酸(3.5),加热冒烟至体积 2 mL,取下冷却。

5.4.2 用水吹洗表面皿及杯壁,加 100 mL 盐酸(3.7)[当试料中铋、铊含量高时,加入 0.5 g 酒石酸(3.3)],1 mL 硫酸铜溶液(3.9),滴加氯化亚锡溶液(3.10)至黄色褪去,加 5 g 次亚磷酸钠(3.1),盖上表面皿,加热,煮沸 30 min,取下冷却至室温。

5.4.3 将脱脂棉置于漏斗中,润湿后反复压紧,将溶液(5.4.2)过滤,用次亚磷酸钠洗液(3.11)洗涤烧杯与沉淀各 4 次,再用氯化铵洗液(3.12)洗涤烧杯与沉淀各 4 次,把砷沉淀连同脱脂棉移入原烧杯中,并用少量脱脂棉擦净漏斗,合并于原烧杯中。

5.4.4 加入 3 g 碳酸氢钠(3.2)、80 mL 水,在不断搅拌的条件下滴加碘标准滴定溶液(3.15)至黑色单质砷全部溶解并过量 2 mL;准确滴加亚砷酸钠标准溶液(3.16)至溶液的黄色消失,并过量 2.00 mL,记下读数。加 5 mL 淀粉指示剂(3.14),继续用碘标准滴定溶液(3.15)滴定至溶液变蓝色为终点。

6 分析结果的计算

砷量以砷的质量分数 w_{As} 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_{As} = \frac{74.92 \times c(V_4 - K \cdot V_5 - V_6) \times 2}{m_0 \times 5} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- c —— 碘标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);
- V_4 —— 滴定时,所消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- K —— 碘标准溶液对亚砷酸钠标准溶液的比值,无量纲;
- V_5 —— 加入亚砷酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_6 —— 滴定时,空白溶液所消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 74.92 —— 砷的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- m_0 —— 试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后两位小数。

7 精密度

7.1 重复性

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不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

$w_{As}/\%$	0.10	0.41	0.72	0.98
$r/\%$	0.02	0.04	0.06	0.07

酞指示剂(3.13),滴加硫酸(3.8)至红色刚褪,加 3 g 碳酸氢钠(3.2)、5 mL 淀粉指示剂(3.14),用碘标准滴定溶液(3.15)滴定至溶液变为蓝色为终点,随同标定做空白试验。

按式(1)计算碘标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m_1 \times 2}{197.84 \times (V_1 - V_0)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

c ——碘标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

m_1 ——三氧化二砷的质量,单位为克(g);

V_1 ——标定时,滴定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——三氧化二砷的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定四份,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。

3.16 亚砷酸钠标准溶液。

3.16.1 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(3.2),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.16.2 标定:移取 5.00 mL 亚砷酸钠标准溶液(3.16)于 250 mL 烧杯中,加 3 g 碳酸氢钠(3.2)、80 mL 水、5 mL 淀粉指示剂(3.14),用碘标准滴定溶液(3.15)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)。

4 试样

4.1 试样应通过 0.100 mm 孔筛。

4.2 试样应在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 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,精确到 0.000 1 g。

表 1 试料量

w_{As} %	试料量 g
<0.20	1.00
$\geq 0.20 \sim 1.00$	0.50

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

前 言

YS/T 461《混合铅锌精矿化学分析方法》分为 11 个部分:

——第 1 部分:铅量与锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法;

——第 2 部分:铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法;

——第 3 部分:硫量的测定 燃烧-中和滴定法;

——第 4 部分:砷量的测定 碘滴定法;

——第 5 部分:二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 6 部分:汞量的测定 原子荧光光谱法;

——第 7 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 8 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 9 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 10 部分:金量与银量的测定 火试金法;

——第 11 部分:砷、铋、镉、钴、铜、镍、铈量的测定 电感耦合等离子体-原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 461 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 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》,与 YS/T 461.4—2003 相比,主要变化如下:

——对文本格式进行了修改;

——增加了“再现性”条款,删除了“允许差”条款;

——增加了“试验报告”要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

YS/T 461 负责起草单位:深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、白银有色集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分负责起草单位:深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

本部分参加起草单位:白银有色集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿、北京矿冶研究总院、河南豫光金铅股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人:袁丽丽、郑少娟、张瑞、孙广燕、唐荣明、罗付兴、张威、陈殿耿、周君玲、许利君。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YS/T 461.4—2003。