

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

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

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.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2014年4月第一版

*

书号:155066·2-26749

版权专有 侵权必究

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、铋量的测定 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。

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

1 范围

YS/T 461 的本部分规定了混合铅锌精矿中砷量的测定方法。

本部分适用于混合铅锌精矿中砷量的测定。测定范围：0.10%~1.00%。

2 方法提要

试料用硝酸、硫酸分解，硫酸冒烟除去氮的氧化物，在盐酸(1+1)介质中，用次亚磷酸钠将砷还原为单质砷，过滤，与共存元素分离。在碳酸氢钠弱碱性介质中，用过量的碘标准溶液溶解单质砷，加入一定体积过量的亚砷酸钠溶液与剩余的碘标准滴定溶液反应，再以淀粉为指示剂，用碘标准滴定溶液滴定过量的亚砷酸钠溶液，根据消耗碘标准滴定溶液与亚砷酸钠溶液的体积计算砷的含量。

3 试剂

除非另有说明外，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 次亚磷酸钠。
- 3.2 碳酸氢钠。
- 3.3 酒石酸。
- 3.4 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)。
- 3.5 硫酸($\rho=1.84\text{g/mL}$)。
- 3.6 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)。
- 3.7 盐酸(1+1)。
- 3.8 硫酸(1+3)。
- 3.9 硫酸铜溶液(50 g/L)。
- 3.10 氯化亚锡溶液(100 g/L)：称取 10 g 氯化亚锡，用 100 mL 盐酸(3.7)微热溶解完全。
- 3.11 次亚磷酸钠洗液(5 g/L)，用时现配。
- 3.12 氯化铵洗液(50 g/L)。
- 3.13 酚酞指示剂(1 g/L)：称取 0.1 g 酚酞，用 100 mL 乙醇溶解。
- 3.14 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。
- 3.15 碘标准滴定溶液。
 - 3.15.1 配制：称取 6.4 g 碘、20.0 g 碘化钾于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水，搅拌溶解完全，过滤于 1 000 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。放置一周后标定。
 - 3.15.2 标定：称取 0.060 g(精确至 0.000 1 g)预先在硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷($w_{\text{As}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中，加入 0.5 g 氢氧化钠、50 mL 水，低温加热溶解完全，取下冷却。加 1 滴酚