

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1116.4—2016

锡阳极泥化学分析方法 第4部分：砷量的测定 碘滴定法

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

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
锡阳极泥化学分析方法
第4部分:砷量的测定
碘滴定法

YS/T 1116.4—2016

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年6月第一版

*

书号: 155066·2-31656

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 1116—2016《锡阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铋量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：铜量、铅量和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：砷量的测定 碘滴定法；
- 第 5 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：金量和银量的测定 火试金法；
- 第 7 部分：锑量的测定 硫酸铈滴定法。

本部分为 YS/T 1116—2016 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分主要起草单位：北京矿冶研究总院、云南锡业股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位：广州有色金属研究院、广西冶金研究院有限公司。

本部分主要起草人：熊传信、周存款、乔小芳、卢启余、李满芝、陈映纯、陈雄飞、李宏萍、石如祥、陈殿耿、蒯丽君、谢辉、张婷、陈曼、谭秋红、李玉红。

锡阳极泥化学分析方法

第4部分：砷量的测定

碘滴定法

1 范围

YS/T 1116 的本部分规定了锡阳极泥中砷量的测定方法。

本部分适用于锡阳极泥中砷量的测定。测定范围为 0.10%~8.00%。

2 方法提要

试料以硝酸、氯酸钾、硫酸溶解。在盐酸介质中，用次亚磷酸钠将砷还原为单质砷，过滤，与共存元素分离。用过量的碘标准滴定溶液溶解单质砷，在碳酸氢钠介质中，加入过量的亚砷酸钠标准溶液与剩余的碘标准滴定溶液反应，以淀粉为指示剂，用碘标准滴定溶液滴定过量的亚砷酸钠，根据消耗的碘标准滴定溶液与亚砷酸钠标准溶液的体积计算砷量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二级水。

- 3.1 氯酸钾。
- 3.2 硫酸铜。
- 3.3 次亚磷酸钠。
- 3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.6 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.7 硫酸(1+1)。
- 3.8 次亚磷酸钠溶液(20 g/L)：称取 10 g 次亚磷酸钠，溶解于 500 mL 盐酸(1+3)中，混匀。
- 3.9 氯化铵溶液(50 g/L)。
- 3.10 碳酸氢钠溶液(30 g/L)：向 100 mL 碳酸氢钠溶液(30 g/L)中加入 5 mL 淀粉溶液(3.14)，滴入碘标准滴定溶液 A(3.13.1.1)至溶液呈浅蓝色。
- 3.11 亚砷酸钠标准溶液 A[$c(1/2\text{Na}_3\text{AsO}_3)=0.010\ 00\ \text{mol/L}$]：称取 0.494 6 g 三氧化二砷($w_{\text{As}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 10 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)，微热溶解。冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至约 250 mL，加入 2 滴~3 滴酚酞乙醇溶液(3 g/L)，用硫酸(1+3)中和至红色刚好消失。加入 5 g 碳酸氢钠，溶解后冷却至室温，以水稀释至刻度，混匀。
- 3.12 亚砷酸钠标准溶液 B[$c(1/2\text{Na}_3\text{AsO}_3)=0.050\ 00\ \text{mol/L}$]：称取 2.472 8 g 三氧化二砷($w_{\text{As}_2\text{O}_3} \geq 99.99\%$)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)，微热溶解。冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至约 250 mL，加入 2 滴~3 滴酚酞乙醇溶液(3 g/L)，用硫酸(1+3)中和至红色刚好消失。加入 5 g 碳酸氢钠，溶解后冷却至室温，以水稀释至刻度，混匀。
- 3.13 碘标准滴定溶液