

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 775.6—2011

铅阳极泥化学分析方法 第 6 部分：铜量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of lead anode slime—
Part 6: Determination of copper content—
Iodine titration method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 775—2011《铅阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 4 部分：铈量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法；
- 第 5 部分：金量和银量的测定 火试金重量法；
- 第 6 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 7 部分：砷、铜和硒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 6 部分。

本部分与第 7 部分重叠含量范围的仲裁分析采用本部分的方法。

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：陕西东岭锌业有限责任公司。

本部分起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、广西河池市南方有色冶炼有限公司。

本部分主要起草人：李遵义、赵丹、张艳云、顾丽、黄明山、韦永保、周秀梅。

铅阳极泥化学分析方法

第6部分:铜量的测定

碘量法

1 范围

YS/T 775 的本部分规定了铅阳极泥中铜含量的测定方法。

本部分适用于铅阳极泥中铜含量的测定,测定范围:2.00%~12.00%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、硫酸溶解,用氢溴酸除去砷、锑、锡等干扰元素。控制溶液 pH 值为 3~4,用氟化氢铵掩蔽铁,加入碘化钾与二价铜作用,析出的碘以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液变为无色为终点。

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 碘化钾。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.5 氢溴酸(ρ 1.49 g/mL)。

3.6 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)。

3.7 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.8 淀粉溶液(5 g/L)。

3.9 氟化氢铵饱和溶液。

3.10 硫氰酸钾溶液(100 g/L):称取 10 g 硫氰酸钾于 400 mL 烧杯中,加水溶解并稀释至 100 mL。加入 2 g 碘化钾(3.1)溶解,加入 2 mL 淀粉溶液(3.8),边摇边滴加碘溶液(约 0.04 mol/L)至刚好呈蓝色,再用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色刚好消失。

3.11 铜标准溶液:称取 1.000 0 g 金属铜($w_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$)置于 500 mL 锥形烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,低温加热溶解完全,加入 5 mL 硫酸(3.4),蒸至冒浓白烟,取下冷却,用水洗涤表面皿及杯壁,微热使盐类溶解,取下冷却,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铜。

3.12 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) \approx 0.04 \text{ mol/L}$]。

3.12.1 配制:称取 100 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于 1 000 mL 烧杯中,加入 2 g 无水碳酸钠,加入 500 mL 水溶解,移入 10 L 棕色试剂瓶中。用煮沸并冷却的水稀释至约 10 L,加入 1 mL 三氯甲烷,混匀,静置一周。

3.12.2 标定:移取四份 25.00 mL 铜标准溶液(3.11)于 500 mL 锥形烧杯中,用水吹洗杯壁。按照分