

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1050.3—2015

铅锑精矿化学分析方法 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法

Method for chemical analysis of lead antimony concentrates—
Part 3: Determination of arsenic content—
The potassium bromate titration method

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
铅锑精矿化学分析方法
第3部分:砷量的测定
溴酸钾滴定法

YS/T 1050.3—2015

*

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.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2015年12月第一版

*

书号:155066·2-29162

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 1050—2015《铅铋精矿化学分析方法》共分为以下 9 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 硫酸铋滴定法；
- 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 4 部分：锌量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：硫量的测定 重量法；
- 第 6 部分：铁量的测定 硫酸铋滴定法；
- 第 7 部分：铋量和铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：金量和银量的测定 火试金法；
- 第 9 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 3 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)归口。

本部分负责起草单位：广西壮族自治区冶金产品质量监督检验站。

本部分起草单位：广西壮族自治区分析测试研究中心。

本部分参加起草单位：广西华锡集团股份有限公司、桂林理工大学、湖南安化渣滓溪矿业有限公司。

本部分主要起草人：叶开富、韦猛、黄肇敏、黄旭升、杨秋玲、何小虎、周素莲、吴少波、黄柳红、张鸿云、张敏、吕敏丽。

铅锑精矿化学分析方法

第3部分:砷量的测定

溴酸钾滴定法

1 范围

YS/T 1050 的本部分规定了铅锑精矿中砷量的测定方法。

本部分适用于铅锑精矿中砷量的测定,测定范围(质量分数)为 0.30%~4.50%。

2 方法提要

试料用硝酸、氯酸钾和硫酸分解,在 6 mol/L 盐酸介质中,以溴化钾为催化剂,以硫酸联胺为还原剂,微沸蒸馏,冷凝液于硫酸介质中,以甲基橙-亚甲基蓝为指示剂,用硫酸铈溶液滴定馏出液中的少量三价锑后,补加甲基橙指示剂,再用溴酸钾标准溶液滴定至红色消失为终点。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为分析纯试剂,所用水为二级水。

3.1 氯酸钾。

3.2 溴化钾。

3.3 硫酸联胺。

3.4 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.5 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.6 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.7 盐酸(1+1)。

3.8 硫酸(1+1)。

3.9 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

3.10 砷标准溶液:准确称取 1.320 5 g 已于硫酸干燥器中干燥过的三氧化二砷(质量分数 $\geq 99.99\%$)置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.9),盖上表面皿,低温加热至溶解完全,加入 20 mL 水、2 滴酚酞指示剂(3.13),用盐酸(3.7)中和至红色消失并过量 2 滴,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升含砷 1 mg。

3.11 硫酸铈溶液(10 g/L):称取 12.17 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}]$,置于 1 000 mL 烧杯中,加入 30 mL 硫酸(3.6),搅拌均匀,在电炉上逐渐升温加热溶成糊状,并冒硫酸白烟约 20 min,取下冷却,加入 280 mL 硫酸(3.8),再缓慢加入 400 mL 水,搅拌溶解至清亮,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.12 溴酸钾标准滴定溶液

3.12.1 配制:称取 0.88 g 溴酸钾、4.4 g 溴化钾(3.2)置于 250 mL 烧杯中,加入少量水,加热溶解,冷至室温,移入试剂瓶中,用水稀释至 2.5 L,混匀。

3.12.2 标定:移取 10.00 mL 砷标准溶液(3.10)3 份,分别置于预先盛有 0.3 g 溴化钾(3.2)、0.3 g 硫酸