

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 556.2—2009
代替 YS/T 556.2—2006

锑精矿化学分析方法 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of antimony concentrates—
Part 2: Determination of arsenic content—
Potassium bromate titration method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 556—2009《铋精矿化学分析方法》共有 16 个部分：

- 第 1 部分：铋量的测定 硫酸铋滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 3 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：湿存水量的测定 重量法；
- 第 5 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：硫量的测定 燃烧中和法；
- 第 9 部分：金量的测定 火试金法；
- 第 10 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：铋、锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 16 部分：铋等金属量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 556 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 556.2—2006《铋精矿化学分析方法 砷量的测定》(原 GB/T 15080.2—1994)。

与 YS/T 556.2—2006 相比,本部分有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分为仲裁方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：锡矿山闪星铋业有限责任公司、北京矿冶研究总院。

本部分由锡矿山闪星铋业有限责任公司起草。

本部分参加起草单位：湖南辰州矿业股份有限公司、湖南有色金属研究院、北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：崔德海、宋应球、赵再英、张威、刘天平、杨德利、吴少波、戴凤英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15080.2—1994；
- YS/T 556.2—2006。

锑精矿化学分析方法

第 2 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法

1 范围

YS/T 556 的本部分规定了锑精矿中砷量的测定方法。

本部分适用于锑精矿中砷量的测定。测定范围：0.10%~2.00%。

2 方法提要

试料用硫酸-硫酸钾溶解，以滤纸碳化后作还原剂和助溶剂，在不小于 9 mol/L 的盐酸溶液中，用苯萃取三氯化砷，用水反萃取砷。于盐酸介质中，以甲基橙为指示剂，用溴酸钾标准滴定溶液滴定三价砷。

3 试剂

除非另有说明，本部分所用试剂和水均指分析纯试剂和三级水。

- 3.1 硫酸钾。
- 3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.4 苯。
- 3.5 硫酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(3+1)。
- 3.7 盐酸(1+1)。
- 3.8 甲基橙指示剂(1 g/L)。
- 3.9 氢氧化钠溶液(200 g/L)。
- 3.10 砷标准溶液(1 mg/mL)。

称取 1.320 3 g 三氧化二砷基准试剂(预先在 100 °C~105 °C 烘干 1 h，置于干燥器中，冷却至室温)，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.9)溶解至清亮，加入 100 mL 水、10 mL 硫酸(3.5)，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.11 溴酸钾标准滴定溶液(c_{KBrO_3} 约 0.2 mol/L)。

3.11.1 配制：称取 0.28 g 溴酸钾置于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.11.2 标定：移取三份 10.00 mL 砷标准溶液(3.10)，分别加入盛有 45 mL 盐酸(3.3)的 125 mL 分液漏斗中，混匀。以下操作按 5.4.3~5.4.6 进行。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算溴酸钾标准滴定溶液(3.11)的实际浓度：

$$c = \frac{m \times 2\,000}{(V_1 - V_0) \times 74.92} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——溴酸钾标准滴定溶液(3.11)的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——砷的质量，单位为克(g)；

V_1 ——滴定砷消耗溴酸钾标准滴定溶液(3.11)的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——标定中空白溶液消耗溴酸钾标准滴定溶液(3.11)的体积，单位为毫升(mL)；