

# YS

## 中华人民共和国有色金属行业标准

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

The methods for chemical analysis of lead and zinc mixed concentrates  
—The determination of arsenic content—The iodimetric method

2003-12-29 发布

2004-05-01 实施

---

国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准是新制定的标准。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司负责起草。

本标准由韶关冶炼厂起草。

本标准由白银有色金属公司、凡口铅锌矿参加起草。

本标准主要起草人：钟声扬。

本标准主要验证人：韦文辉、姚淑英、邓振立。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

## 混合铅锌精矿化学分析方法

### 砷量的测定 碘滴定法

#### 1 范围

本标准规定了混合铅锌精矿中砷含量的测定方法。

本标准适用于混合铅锌精矿中砷含量的测定。测定范围:0.10%~1.00%。

#### 2 方法原理

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,用过量的碘标准滴定溶液溶解单质砷,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

##### 3.1 市售试剂

3.1.1 次亚磷酸钠。

3.1.2 碳酸氢钠。

3.1.3 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.1.4 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

3.1.5 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

##### 3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 硫酸(1+3)。

3.2.3 硫酸铜溶液(50 g/L)。

3.2.4 氯化亚锡溶液(100 g/L):称取 10.0 g 氯化亚锡,用 100 mL 盐酸(3.2.1)微热溶解完全。

3.2.5 次亚磷酸钠洗液(5 g/L),用时现配。

3.2.6 氯化铵洗液(50 g/L)。

##### 3.3 标准滴定溶液

###### 3.3.1 碘标准滴定溶液

3.3.1.1 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。

3.3.1.2 标定:称取 0.060 g(精确至 0.000 1 g)三氧化二砷(预先在 105℃±5℃烘 1 h,置于干燥器中冷却至室温)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 滴酚酞指示剂(3.4.1),滴加硫酸(3.2.2)至红色刚褪,加 3 g 碳酸氢钠(3.1.2)、5 mL 淀粉指示剂(3.4.2),用碘标准滴定溶液(3.3.1)滴定至溶液变为蓝色为终点。随同标定做空白试验。

按式(1)计算碘标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m_1 \times 2}{197.84 \times (V_1 - V_0)} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$ ——碘标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);