

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 716.1—2009

---

## 黑铜化学分析方法 第 1 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

Methods for chemical analysis of low grade blister—  
Part 1: The determination of copper content—Sodium hyposulfite titration

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

---

## 前 言

YS/T 716.1—2009《黑铜化学分析方法》共分 6 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 2 部分：金和银量的测定 火试金法；
- 第 3 部分：铋、镍、铅、锑和锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：砷量的测定 碘量法；
- 第 5 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 6 部分：砷、铋、镍、铅、锑、锡、锌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 716 的第 1 部分。

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：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分参加起草单位：长沙矿冶研究院、中铝洛阳铜业有限公司、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：邵从和、李琴美、汪实富、陈小燕、付饶、杨林、王炎、黄葡英、张永进。

# 黑铜化学分析方法

## 第 1 部分:铜量的测定

### 硫代硫酸钠滴定法

#### 1 范围

YS/T 716 的本部分规定了黑铜中铜量的测定方法。

本部分适用于黑铜中铜的测定,测定范围:80.00%~95.00%。

#### 2 方法提要

试料用硝酸、盐酸和溴溶解,三价砷和锑用溴氧化,控制溶液为 pH3.0~pH4.0,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。

#### 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 铜片(铜的质量分数不小于 99.99%):将铜片放入微沸的冰乙酸(3.9)中,微沸 1 min,取出后用水和无水乙醇分别冲洗二次以上,在 100 °C 烘箱中烘 4 min,冷却,置于磨口瓶中备用。

##### 3.3 溴。

##### 3.4 无水乙醇。

##### 3.5 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

##### 3.6 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

##### 3.7 冰乙酸( $\rho$ 0.90 g/mL)。

##### 3.8 硝酸(1+1)。

##### 3.9 冰乙酸(1+3)。

##### 3.10 三氯化铁溶液(100 g/L)。

3.11 乙酸铵溶液(300 g/L):称取 90 g 乙酸铵,置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 水和 100 mL 冰乙酸,溶解后,用水稀释至 300 mL,混匀,此溶液为 pH5。

##### 3.12 氟化氢铵饱和溶液:贮存于聚乙烯瓶中。

3.13 硫氰酸钾溶液(100 g/L):称取 10 g 硫氰酸钾于 400 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解后(pH<7),加入 2 g 碘化钾后,加入 2 mL 淀粉溶液,滴加碘溶液(约 0.04 mol/L)之恰好呈蓝色,再用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色刚好消失。

##### 3.14 淀粉(5 g/L)。

##### 3.15 硫代硫酸钠标准滴定溶液:( $C_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = 0.1 \text{ mol/L}$ )。

3.15.1 配制:称 250 g  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  及 2 g 无水碳酸钠置于 500 mL 烧杯中,用煮沸冷却后的蒸馏水溶解,过滤于 10 L 棕色试剂瓶中,用上述蒸馏水稀释至约 10 L,加入 1 mL 三氯甲烷,充分摇匀,静置两周。

3.15.2 标定:称取 3 g(精确至 0.000 1 g)铜片(3.2)三份。以下按 5.3.1~5.3.4 与测定试料测定同