

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 990.9—2014

冰铜化学分析方法 第 9 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of copper matte—
Part 9: Determination of iron content—
Potassium dichromate titration method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 990《冰铜化学分析方法》分为 18 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 2 部分：金量和银量的测定 原子吸收光谱法和火试金法；
- 第 3 部分：硫量的测定 重量法和燃烧滴定法；
- 第 4 部分：铋量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 6 部分：铅量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 7 部分：镉量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和溴酸钾滴定法；
- 第 9 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 10 部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法；
- 第 11 部分：镍量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 13 部分：氧化镁量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：锌量的测定 原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 15 部分：铈量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法；
- 第 17 部分：钴量的测定 原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：铅、锌、镍、砷、铋、铈、钙、镁、镉、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 990 的第 9 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：中条山有色金属集团有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：中条山有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：甘肃白银有色集团股份有限公司、云南铜业股份有限公司、北京矿冶研究总院、福建紫金矿业测试技术有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、中华人民共和国天津出入境检验检疫局、浙江华友钴业股份有限公司、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：张光华、马丽君、李静、廉慧萍、秦玉英、王冬珍、陈瑾霞、郑文英、李瑞玲、陈岩、冯先进、张宏宪、张月琳、孙福红、侯辉南、王晋平、符玉霞、石岩、谢柏华、韩杰、戴凤英、张永进。

冰铜化学分析方法

第9部分:铁量的测定

重铬酸钾滴定法

1 范围

YS/T 990 的本部分规定了冰铜中铁含量的测定方法。

本部分适用于冰铜中铁含量的测定,测定范围为 10.0%~48.0%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝硫混酸分解,用氨水沉淀铁,使之与基体铜分离,在盐酸介质中,用氯化亚锡还原大部分铁,剩下少量铁以钨酸钠作指示剂,用三氯化钛还原,加入硫磷混酸,以二苯胺-4-磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

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 氯化铵。

3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+5)。

3.5 盐酸(5+95)。

3.6 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.7 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.8 磷酸($\rho=1.69$ g/mL)。

3.9 硝硫混酸(7+3):将 30 mL 硫酸(3.7)在不断搅拌下缓慢注入 70 mL 硝酸(3.6)中,冷却至室温。

3.10 硫磷混酸:将 150 mL 硫酸(3.7)在不断搅拌下缓慢注入 700 mL 水中,冷至室温,加入 150 mL 磷酸(3.8),混匀,冷却至室温。

3.11 氨水($\rho=0.88$ g/mL)。

3.12 氨水-氯化铵溶液:用水稀释 2 mL 氨水(3.11)至 100 mL,加 2 g 氯化铵(3.1),摇匀。

3.13 氯化亚锡溶液(60 g/L):称取 6 g 氯化亚锡溶于 20 mL 热盐酸(3.2)中,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.14 三氯化钛溶液(1+14):移取 2 mL 三氯化钛溶液 15%~20%(质量浓度),用盐酸(3.4)稀释至 30 mL,混匀。用时现配。

3.15 硫酸铜溶液(5 g/L):称取 0.78 g 五水硫酸铜溶于 100 mL 水中,混匀。

3.16 钨酸钠溶液(250 g/L):称取 25 g 钨酸钠溶于适量水中,加入 5 mL 磷酸(3.8),用水稀释至 100 mL,混匀。

3.17 重铬酸钾标准滴定溶液[$c(1/6 K_2Cr_2O_7)=0.050 0$ mol/L]:称取 2.451 7 g 基准重铬酸钾(预先在 150 °C 烘 1 h),置于 250 mL 烧杯中,加少量水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。