

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 745.5—2010

铜阳极泥化学分析方法 第 5 部分：碲量的测定 重铬酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of copper anode slime—
Part 5: Determination of tellurium content—
Potassium dichromate titration method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

前 言

YS/T 745《铜阳极泥化学分析方法》分为 9 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 火试金重量法；
- 第 3 部分：铂量和钯量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：硒量的测定 碘量法；
- 第 5 部分：碲量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 6 部分：铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 7 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 8 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 9 部分：锑量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 5 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

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：大冶有色金属有限公司。

本部分起草单位：江西铜业股份有限公司。

本部分参加起草单位：大冶有色金属有限公司、广州有色金属研究院、云南铜业股份有限公司、金川集团有限公司。

本部分主要起草人：邱继英、梁亚群、杨宇东、施小英、潘晓玲、戴凤英、林海山、孙红英、陈渝滨、郑文英、梁玉霞、杜涛。

铜阳极泥化学分析方法

第5部分:砷量的测定

重铬酸钾滴定法

1 范围

YS/T 745 本部分规定了铜阳极泥中砷含量的测定方法。

本部分适用于铜阳极泥中砷含量的测定。测定范围:0.50%~10.00%。

2 方法提要

试料用硝酸、硫酸溶解,在盐酸(3.2)介质中,用二氯化锡还原砷为单质砷,与铜、砷、锑、铋、铅等大量杂质分离。沉淀以酸溶解后,加入过量的重铬酸钾标准滴定溶液氧化亚砷酸,再以硫酸亚铁铵标准滴定溶液返滴定过量的重铬酸钾。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 盐酸(35+65)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.6 酒石酸。
- 3.7 二氯化锡(250 g/L):称取二水合氯化亚锡 25 g 于 150 mL 烧杯中,加入盐酸(3.2)溶解并用盐酸(3.2)稀释至 100 mL。
- 3.8 硫磷混酸:硫酸+磷酸+水(15+15+70)。
- 3.9 二苯胺磺酸钠溶液(10 g/L):称取二苯胺磺酸钠 0.5 g 于 100 mL 烧杯中,加水溶解并稀释至 50 mL。
- 3.10 重铬酸钾($1/6K_2Cr_2O_7$)标准滴定溶液:称取 1.471 0 g 预先在 120 °C 恒重的基准重铬酸钾,置于 200 mL 烧杯中,用少量水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液浓度为 $c_{1/6K_2Cr_2O_7} = 0.030 00 \text{ mol/L}$ 。
- 3.11 硫酸亚铁铵标准滴定溶液
 - 3.11.1 配制:称取 11.763 9 g 硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ 溶于 300 mL 硫酸(1+5)溶液中,加水 700 mL,混匀。
 - 3.11.2 标定:准确移取四份重铬酸钾标准滴定溶液 20.00 mL 分别置于预先加有 100 mL 水、5 mL 硫磷混酸的 250 mL 烧杯中,以下同分析步骤。

按式(1)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液对重铬酸钾标准滴定溶液的滴定系数(k):

$$k = \frac{V_{01}}{V_{02}} \dots\dots\dots (1)$$