

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 775.3—2011

铅阳极泥化学分析方法 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of lead anode slime—
Part 3: Determination of arsenic content—
Potassium bromate titrimetric method

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

前 言

YS/T 775—2011《铅阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：铅量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 4 部分：铈量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法；
- 第 5 部分：金量和银量的测定 火试金重量法；
- 第 6 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 7 部分：砷、铜和硒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 3 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分与第 7 部分重叠含量范围的仲裁分析采用本部分的方法。

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：陕西东岭冶炼有限公司。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司、河池市南方有色冶炼有限责任公司、锡矿山闪星锑业有限责任公司。

本部分主要起草人：杨萍、陈云红、李琴美、方淑琴、黄明山、韦永保、杨萍、龙小会。

铅阳极泥化学分析方法

第3部分:砷量的测定

溴酸钾滴定法

1 范围

YS/T 775 的本部分规定了铅阳极泥中砷量的测定方法。

本部分适用于铅阳极泥中砷量的测定,测定范围为 1.00%~10.00%。

2 方法提要

试料用硫酸溶解,在盐酸介质中,于 40℃~60℃下,以次甲基蓝—甲基橙为指示剂,先用硫酸铈滴定铈,再用溴酸钾标准滴定溶液滴定砷。

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 尿素。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 甲基橙溶液(2g/L)。

3.6 次甲基蓝溶液(1 g/L)。

3.7 砷标准溶液:称取 1.320 3 g 三氧化二砷($w_{As_2O_3} \geq 99.99\%$,预先在 100℃~105℃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(200 g/L)溶解至清亮,加入 100 mL 水、10 mL 硫酸(3.4),冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.8 硫酸铈溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}] \approx 0.05 \text{ mol/L}$:称取 20 g 硫酸高铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 1 000 mL 烧杯中,加 300 mL 水、100 mL 硫酸(3.4)溶解完全,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.9 溴酸钾标准滴定溶液($c_{\text{KBrO}_3} \approx 0.007 \text{ mol/L}$)。

3.9.1 配制:称取 1.2 g 溴酸钾于 500 mL 烧杯中,加 200 mL 水溶解完全,冷却,移入 2 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.9.2 标定:移取四份 10.00 mL 砷标准溶液(3.7)于 250 mL 锥形瓶中,用水稀至 100 mL,加 20 mL 盐酸(3.2),加热至 40℃~60℃,加 2 滴甲基橙溶液(3.5)和 4 滴次甲基蓝溶液(3.6),用溴酸钾标准滴定溶液滴定至蓝绿色,即为终点。平行标定所消耗的溴酸钾标准滴定溶液(3.9)的体积极差值不超过 0.10 mL。随同标定做空白试验。

按公式(1)计算溴酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度:

$$c_{\text{KBrO}_3} = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 74.923} \dots\dots\dots (1)$$