

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 745.4—2010

铜阳极泥化学分析方法 第 4 部分：硒量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of copper anode slime—
Part 4: Determination of selenium content—
Iodine 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 4 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：梁亚群、张立云、邱继英、何梅、李必雄、吴慧、戴凤英、刘晓辉、陈淦滨、郑文英、杜涛、梁玉霞。

铜阳极泥化学分析方法

第 4 部分: 硒量的测定

碘量法

1 范围

YS/T 745 本部分规定了铜阳极泥中硒含量的测定方法。

本部分适用于铜阳极泥中硒含量的测定。测定范围: 1.00%~15.00%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解, 硫酸冒烟后, 在 6 mol/L 的盐酸介质中, 用盐酸羟胺还原硒为单质硒与其他杂质分离, 沉淀用酸溶解, 以淀粉为指示剂, 加入碘化钾, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色消失为终点。

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(1+1)。

3.3 盐酸(1+20)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.6 酒石酸。

3.7 盐酸羟胺。

3.8 尿素。

3.9 淀粉溶液(5 g/L): 称取 0.25 g 淀粉于 100 mL 烧杯中, 加少量水润湿, 然后加入 20 mL 沸水, 煮至清亮, 冷却后稀释至 50 mL, 摇匀。

3.10 碘化钾溶液(100 g/L): 称 10 g 碘化钾, 以水溶解并稀释至 100 mL, 混匀后贮存于棕色点滴瓶中。

3.11 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$]:

3.11.1 配制: 称 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (或 16 g 无水硫代硫酸钠), 加 0.2 g 无水碳酸钠, 溶于 1 000 mL 水中, 缓缓煮沸 10 min, 冷却。放置两周后过滤。

3.11.2 标定: 称取 0.18 g 预先在 $120 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的基准重铬酸钾, 置于 250 mL 锥形烧杯中, 溶于 25 mL 水, 加 2 g 碘化钾及 20 mL 硫酸溶液(1+4), 摇匀, 于暗处放置 10 min。加 150 mL 水 ($15 \text{ }^\circ\text{C} \sim 20 \text{ }^\circ\text{C}$), 用配制好的硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 近终点时加 2 mL 淀粉溶液(3.9), 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

按式(1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{(V_1 - V_2) \cdot M} \dots\dots\dots (1)$$