

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 716.4—2009

---

### 黑铜化学分析方法 第4部分：砷量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of low grade blister—  
Part 4: Determination of arsenic content—Iodimetry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

---

## 前 言

YS/T 716—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 4 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。

本部分起草单位：长沙矿冶研究院。

本部分参加起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司、江西铜业集团公司。

本部分主要起草人：李志辉、杨林、陈述、樊占芳、陈慧汶。

## 黑铜化学分析方法

### 第4部分：砷量的测定 碘量法

#### 1 范围

YS/T 716 的本部分规定了黑铜中砷含量的测定方法。

本部分适用于黑铜中砷含量的测定。测定范围：0.20%~1.0%。

#### 2 方法提要

试料用硝酸-硫酸溶解，在 6 mol/L 盐酸体系中，以次磷酸钠作还原剂，还原砷为单质砷沉淀，从而使其与基体以及共存元素分离，以碘量法测定砷含量。

#### 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 次磷酸钠。

3.2 碘化钾。

3.3 氢氧化钠。

3.4 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.5 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 硫酸(1+1)。

3.8 次磷酸钠溶液(20 g/L)：2.0 g 次磷酸钠溶解于 100 mL(1+1)盐酸溶液中。

3.9 氯化铵溶液(50 g/L)。

3.10 碳酸氢钠溶液(50 g/L)。

3.11 淀粉溶液(5 g/L)：称取 0.5 g 可溶性淀粉于 200 mL 烧杯中，加少量水搅匀，搅拌下加入 100 mL 沸水，再煮沸至清亮，冷却备用。

3.12 酚酞乙醇溶液(5 g/L)：称取 0.5 g 酚酞溶解于 100 mL 95%乙醇溶液。

3.13 砷标准溶液( $c_1/4As_2O_3=0.0200$  mol/L)：称取 0.989 20 g 预先在 100 °C~110 °C 烘 2 h，然后置于干燥器冷却至室温的基准三氧化二砷于 100 mL 烧杯中，加入 25 mL 200 g/L 氢氧化钠溶液，低温加热至溶解清亮，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至 200 mL 左右，滴加 3 滴酚酞乙醇溶液，用硫酸(3.7)中和至无色，然后加入 5 g 碳酸氢钠，溶解后冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

3.14 碘标准溶液[ $c_1/2I_2=0.0200$  mol/L]。

3.14.1 配制：称取 2.54 g 结晶碘于 100 mL 烧杯中，加入 40 g 碘化钾和 25 mL 水溶解，移入 1 000 mL 棕色容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

3.14.2 标定：于 300 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 碳酸氢钠溶液和 5 mL 淀粉溶液，用碘标准溶液滴定至浅蓝色，然后移取 40.00 mL 的砷标准溶液，再用碘标准液滴定溶液滴至浅蓝色即为终点。

按式(1)计算碘标准滴定溶液的实际浓度：