YS/T 1314.6-202X

ICS 73.060

CCS D 42

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

铜冶炼分银渣化学分析方法

第6部分：铜含量的测定

碘量法

Methods for chemical analysis of silver separating residue from copper smelting—

Part 6：Determination of copper content—

Iodine titration method

(送审稿)

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件是YS/T 1314《铜冶炼分银渣化学分析方法》的第6部分。

YS/T 1314 已经发布了以下部分：

——第1部分: 金和银含量的测定 火试金法；

——第2部分: 铂和钯含量的测定 火试金法富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第3部分: 铅含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第4部分: 锡含量的测定 碘酸钾滴定法；

——第5部分: 铜、锑、铋、硒、碲和锡含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术有限公司。

本部分起草单位：北矿检测技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂。

本部分参加起草单位：广东省韶关市质量计量监督检测所、阳谷祥光铜业有限公司、江西铜业股份有限公司贵溪冶炼厂、中条山有色金属集团有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、浙江江铜富冶和鼎铜业有限公司、徐州北矿金属循环利用研究院、中恒诺贵金属检测有限公司。

本文件主要起草人：范丽新、王蕾、黄丽、袁齐、（阳谷祥光1）、张千强、李鸿英、刘晓玲、（大冶有色）、栾海光、（浙江富冶）、索云肖、刘冰、陈玉霞、邱伟明、（阳谷祥光2）、李思敏、张彩技、谢宏法、谢小桃、仲伟娜。

铜冶炼分银渣化学分析方法

第6部分：铜含量的测定

 碘量法

1 范围

本文件规定了铜冶炼分银渣中铜含量的测定方法。

本文件适用于铜冶炼分银渣中铜含量的测定。测定范围：5.00%～27.00%。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试料用盐酸、硝酸、高氯酸、硫酸分解，用氢溴酸除去砷、锑、锡等干扰元素。控制溶液pH值为3~4，用氟化氢铵掩蔽铁，加入碘化钾与二价铜作用，析出的碘以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

5 试剂

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水均为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 金属铜（*w*Cu≥99.99%）：将金属铜置于适量微沸的乙酸（5.13）中，微沸1min，取出后用水和无水乙醇（5.3）分别冲洗两次以上，在100℃~105℃烘箱中烘4min，冷却，置于磨口瓶中备用。

5.2 碘化钾。

5.3 无水乙醇。

5.4 盐酸（ρ=1.19g/mL）。

5.5 硝酸（ρ=1.42g/mL）。

5.6 硫酸（ρ=1.84g/mL）。

5.7 高氯酸（ρ=1.76g/mL）。

5.8 氢溴酸（ρ=1.49g/mL）。

5.9 氨水（ρ=0.90g/mL）。

5.10 冰乙酸（ρ=1.05g/mL）。

5.11 硝酸（1+1）。

5.12 硫酸（1+1）。

5.13 乙酸 (1+4)。

5.14 氟化氢铵饱和溶液（贮存于聚乙烯瓶中）。

5.15 碘溶液（0.04mol/L）。

5.16 三氯化铁溶液（100g/L）。

5.17 硫氰酸钾溶液（100g/L）：称取10g硫氰酸钾于400mL烧杯中，加入100mL水溶解，加入2g碘化钾（5.2）溶解后，加入2ml淀粉溶液（5.20），滴加碘溶液（5.15）至恰好呈蓝色，用硫代硫酸钠标准滴定溶液（5.18）滴定至蓝色刚好消失。

5.18 硫代硫酸钠标准滴定溶液[*c*(Na2S2O3·5H2O)≈0.03mol/L]

5.18.1 制备：称取74g硫代硫酸钠（Na2S2O3·5H2O）置于2000mL烧杯中，加入1000mL煮沸并冷却至室温的去离子水溶解，移入10L棕色试剂瓶中。用煮沸并冷却至室温的去离子水稀释至约10L，摇匀，静置两周。如出现沉淀，需过滤。

5.18.2 标定：移取四份10.00mL铜标准溶液（5.19）于250mL三角烧杯中，用水吹洗杯壁，加入5mL硫酸（5.12），加热蒸至近干，取下稍冷，加入5mL盐酸（5.4），用40mL水吹洗杯壁，加热煮沸，使盐类完全溶解，取下冷却至室温。加入1mL三氯化铁溶液（5.16），滴加氨水（5.9）至氢氧化铁沉淀出现，加入3mL冰乙酸（5.10），然后滴加氟化氢铵饱和溶液（5.14）至红棕色消失并过量1mL，摇匀。加入2g碘化钾（5.2），摇动溶解，加入2mL淀粉溶液（5.20），立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液（5.18）滴定至浅蓝色，加入5mL硫氰酸钾溶液（5.17），激烈摇振至蓝色加深，继续滴定至蓝色刚好消失为终点。随同标定做空白试验。

按式（1）计算硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的计算因子*f*：

………………………………（1）

式中：

——硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的计算因子，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

——铜标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*V*1——移取铜标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——标定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0——标定时滴定空白试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

平行标定4份，结果保留4位有效数字，其极差值不大于0.008 mg/mL时，取其平均值。否则重新标定。

5.19 铜标准溶液：称取5.0000g金属铜（5.1）置于400mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.11），加热至溶解完全，取下冷却至室温，移入1000mL容量瓶中，补加50mL硝酸（5.11），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含5 mg铜。

5.20 淀粉溶液（5g/L）。

6 试样

6.1 试样粒度应不大于96 μm。

6.2 试样应在100℃～105℃烘干2 h，并置于干燥器中冷到室温备用。

7 试验步骤

7.1 试料

称取0.30g试样，精确至0.0001g。

7.2 平行试验

 平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料（7.1）置于250mL三角烧杯中，用少量水润湿，加入10mL盐酸（5.4），低温加热3min~5min，加入5mL硝酸（5.5）、5mL高氯酸（5.7），盖上表面皿，继续加热至冒高氯酸浓白烟，取下稍冷。用水吹洗表面皿，加入10mL氢溴酸（5.8），低温加热至氢溴酸挥尽，继续加热至冒高氯酸烟，取下稍冷。加入5mL硫酸（5.12），加热至近干，取下稍冷。

7.4.2 加入5mL盐酸（5.4），用40mL水吹洗杯壁，加热煮沸，使盐类完全溶解，取下冷至室温（若铁含量极少时，需补加1mL三氯化铁溶液（5.17））。滴加氨水（5.9）至氢氧化铁沉淀出现，加入3mL冰乙酸（5.10），然后滴加氟化氢铵饱和溶液（5.15）至红棕色消失并过量1mL，摇匀。加入2g碘化钾（5.2），摇动溶解，加入2mL淀粉溶液（5.18），立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液（5.20）滴定至浅蓝色，加入5mL硫氰酸钾溶液（5.19)，激烈摇振至蓝色加深，继续滴定至蓝色刚好消失为终点。

8 试验数据处理

 铜含量以铜的质量分数*wCu*计，数值以百分数表示，按公式（2）计算：

………………………………（2）

式中：

*f*——硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的计算因子，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

*V*3——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*4——滴定空白试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位，数值修约按照GB/T 8170规定执行。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法求得：

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCu*/% | 5.24 | 6.27 | 12.24 | 16.60 | 21.23 | 26.37 |
| *r*/% | 0.12 | 0.14 | 0.17 | 0.20 | 0.22 | 0.20 |

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法求得：

表2再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCu*/% | 5.24 | 6.27 | 12.24 | 16.60 | 21.23 | 26.37 |
| *R*/% | 0.20 | 0.21 | 0.23 | 0.26 | 0.30 | 0.26 |

10 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的文件（YS/T xxxx.6-202x）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。