

# SN

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0487—95

上海市技术监督研究所
登记号 QT 966257

### 进出口铜精矿化学分析方法 碘量法测定铜量

Method for chemical analysis of copper  
concentrates for import and export  
—Determination of copper content by iodometry

1995-09-06 发布

1996-01-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

# 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

## 进出口铜精矿化学分析方法 碘量法测定铜量

SN/T 0487—95

Method for chemical analysis of copper  
concentrates for import and export  
—Determination of copper content by iodometry

代替 ZB D40 001—89

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了进出口铜精矿中铜量的测定方法,其测定范围为 15%~50%。

本标准适用于进出口铜精矿中铜量的测定。

### 2 方法提要

试样用硝酸和硫酸分解,加氢溴酸去砷,加入氟化氢铵以消除铁的干扰,用过量的碘化钾与二价铜离子作用产生游离碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,从所耗标准溶液的量计算铜的百分含量。高价砷、锑,低价铬、钒和铅、铋、钼、锰、钛等均无干扰。

### 3 试剂

3.1 金属铜:纯度为 99.99%以上。

3.2 碘化钾。

3.3 氟化氢铵。

3.4 硝酸( $\rho$  约 1.42 g/mL)。

3.5 稀硝酸:500 mL/L。以 500 mL 硝酸(3.4)加入 500 mL 水中,搅匀。

3.6 硫酸( $\rho$  约 1.84 g/mL)。

3.7 稀硫酸:500 mL/L。以 500 mL 硫酸(3.6)加入 500 mL 水中,并不断搅拌,冷却后,用水稀释至 1 L。

3.8 稀硫酸:2 mL/L。以 2 mL 硫酸(3.7)加入 500 mL 水中,搅匀。

3.9 氢溴酸( $\rho$  约 1.50 g/mL)。

3.10 稀乙酸:250 mL/L。以 25 mL 冰乙酸加入 75 mL 水中。

3.11 乙醇。

3.12 淀粉溶液:1 g/500 mL。称取 1 g 可溶性淀粉,置于 100 mL 烧杯中,用少量水调成糊状,在搅拌下慢慢倒入 500 mL 热水中,并煮沸约 1 min,使溶液透明,冷却。使用时配制。

3.13 硫氰酸钾溶液:100 g/L。称取 10 g 硫氰酸钾,溶解于 100 mL 水中。

3.14 硫代硫酸钠标准溶液:20 g/L。称取 20 g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶解于 1 L 新煮沸过的冷蒸馏水中,加入 0.2 g 碳酸钠搅拌至溶解,放置暗处 24 h,按 5.4 条标定其浓度。

## 4 试样

4.1 试样应通过 150 目筛。

4.2 试样分析前应测定其湿存水含量,用以校正铜含量的干基结果。其测定方法如下:

4.2.1 取已经磨细的足够量试样置于平底盘中,摊成薄层,加盖防尘,但不盖密,使空气于试样上部自由流通,在空气中平衡至少 2 h。

4.2.2 称取上述试样 2~4 g(精确至 0.000 1 g),置于已恒重的称样瓶中,放入烘箱内,于  $105 \pm 5^\circ\text{C}$  烘至恒重,干燥后的失重即为试样的湿存水含量。

4.3 在称取测定湿存水试样的同时,也称取品质分析试样。并按表 1 称取相近的试样量(精确至 0.000 1 g)。

表 1

铜含量, %	试样量, g
15~25	0.8
>25~50	0.4

## 5 分析步骤

### 5.1 空白试验

随同试样进行空白试验。

### 5.2 试样处理

5.2.1 将试样(4.3)置于 300 mL 锥形烧杯中,用 10 mL 水润湿摇匀,使样品松散。

5.2.2 加入 20 mL 硝酸(3.4),盖以表皿,在  $60 \sim 70^\circ\text{C}$  加热约 10 min。

注:试样中含硅量超过 15%时(热溶液中呈现大量的硅酸混浊状),可加入 5~10 mL 氢氟酸(改用聚四氟乙烯烧杯),继续加热溶解。

5.2.3 加入 20 mL 稀硫酸(3.7),继续加热,待试样分解后,取下稍冷,用少量水洗涤表皿和杯壁,再加热蒸发直至冒白烟。若试样中含碳量较高,溶液中呈现黑渣时,则加 2~5 mL 硝酸(3.4)和 2 mL 硫酸(3.7),加热溶解至无黑色残渣,并继续加热蒸发至冒白烟。

5.2.4 加入 5 mL 水和 5 mL 氢溴酸(3.9),加热蒸发至冒浓白烟,稍冷,再加 5 mL 氢溴酸和 5 mL 稀硫酸(3.7),重复蒸发至冒浓白烟。用少量水洗涤烧杯内壁,并加热蒸发至干。

5.2.5 加入 25 mL 稀硫酸(3.8),加热使盐类溶解。

### 5.3 滴定

5.3.1 于上述溶液(5.2.5)中加入 3 g 氟化氢铵(3.3)摇动,使溶解。

5.3.2 加入 3 g 碘化钾(3.2),摇匀后,立即用硫代硫酸钠标准溶液(3.14)滴定至淡黄色,加入 5 mL 淀粉指示剂溶液(3.12),继续滴定至浅蓝色。

注:试样中铅、铋含量较高时,铅、铋将与碘化钾形成金黄色络离子,为了避免误认为碘的淡黄色,需提前加入淀粉指示剂溶液,铅、铋的黄色络离子,不影响滴定终点。

5.3.3 加入 5 mL 硫氰酸钾溶液(3.13),激烈振摇至蓝色加深,继续滴定至蓝色刚消失,即为终点。

### 5.4 硫代硫酸钠标准溶液的标定

随同每批样品,按下列方法标定硫代硫酸钠标准溶液的滴定度。

5.4.1 将金属铜(3.1)浸入温热的稀乙酸(3.10)中,洗涤可能存在的表面氧化物,然后用水充分洗涤,再用乙醇冲洗数次,放置空气中使之干燥。

5.4.2 称取三份清洗过的金属铜(5.4.1)置于 300 mL 锥形杯中,称取的量应接近于试样中的铜量(精确至 0.000 1 g)。记录称取铜量为  $m_1$ 、 $m_2$  和  $m_3$ 。

5.4.3 各加入 10 mL 稀硝酸(3.5),加热溶解,然后加入 5 mL 稀硫酸(3.7),加热蒸发至冒烟。用少量水洗涤烧杯内壁,继续加热蒸发至干。

5.4.4 加入 25 mL 稀硫酸(3.8),微热,使铜盐溶解。

5.4.5 以下操作按 5.3.1~5.3.3 进行滴定。

分别记录滴定时所消耗的硫代硫酸钠的体积为  $V_1$ 、 $V_2$  和  $V_3$ 。

5.4.6 按式(1)计算其滴定度  $T$ ：

$$T_1 = \frac{m_1}{V_1}, \quad T_2 = \frac{m_2}{V_2}, \quad T_3 = \frac{m_3}{V_3} \quad \dots\dots\dots(1)$$

取三次标定结果的平均值,保留四位有效数字,三次标定结果的差值,应不超过 0.000 005 g/mL。

## 6 分析结果的计算

按式(2)计算铜的百分含量：

$$\text{Cu}\% = \frac{V \cdot T \times 100}{m} \times \frac{100}{100 - H} - B \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： $T$ ——硫代硫酸钠标准溶液对铜的滴定度, g/mL；

$V$ ——滴定试液所耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL；

$m$ ——试样量, g；

$H$ ——试样中湿存水的百分含量；

$B$ ——空白试验所得的铜的百分含量。

## 7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于下表所列允许差：

表 2

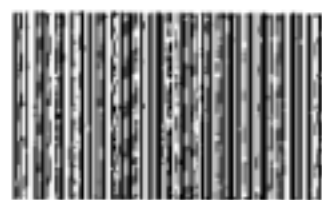
铜 含 量	允 许 差
15~25	0.20
>25~50	0.30

### 附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由上海进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人朱瑞瑛等。



SN/T0487-1995

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年2月第一版 1996年2月第一次印刷 书号:155066·2-10381