

碘量法测定铜精矿中的铜

肖玉萍 张旭^① 曹宏杰

(青海省柴达木综合地质矿产勘察院测试中心 青海省格尔木市昆仑南路 12 号 816000)

摘 要 碘量法是利用碘和碘离子的氧化还原性进行滴定的分析方法。在传统碘量法的基础上,对分析过程进行了简化及改进,已达到迅速测定铜精矿中铜的目的,实验证明,结果可靠,方法快捷。

关键词 碘量法; 铜精矿; 铜

中图分类号: O 655. 23

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)05-2317-03

1 引言

近年来,全球铜价上涨,国内铜冶炼产能大幅扩张;而我国铜矿资源又相对短缺,导致对铜精矿需求急剧上升,我国的铜消耗量已占全球总量的 1/5 左右,成为全球最大的现货铜精矿消耗国^[1]。从环保、生产以及对外贸易等多方面考虑,建立快速、准确、简便的铜精矿成分分析方法具有重要意义。

碘量法是利用碘和碘离子的氧化还原性进行滴定的分析方法,是测定铜的传统方法^[2,3],广泛用于地质及其他行业,然而其方法虽然经典,但是耗时长,已不适应当今分析测试的要求,作者根据近几年的工作实践对传统方法进行改进,可以获得可靠结果。

2 实验部分

2.1 实验试剂

HCl、HNO₃、氨水等所用试剂均为分析纯。实验用水为二次去离子水。

氯化铵-氨水洗液: 在 98mL 水中,加入氨水 2mL,再加入 1g 固体氯化铵。

淀粉溶液(0.5%): 称取 0.5g 可溶性淀粉,加入 5mL 水调成糊状,在不断搅拌下加入 95mL 沸水,煮沸(不用定容),液体清亮后放冷备用。

铜标准溶液: 称取 1.0000g 金属铜(纯度为 99.99%,国家标准物质中心),加 1:1 硝酸 20mL,加热使铜完全溶解,待溶液蒸发至小体积后,加入 1:1 硫酸 10mL,继续蒸发至冒白烟,放冷。加水使铜盐溶解,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 1mg 铜。

硫代硫酸钠标准溶液: 称取 24.82g 硫代硫酸钠溶于 1000mL 新煮沸放冷的水中。为使溶液稳

① 联系人,手机: (0) 13619796512; (0) 13619796512; E-mail: hanbin16@126.com; kox-2005@sohu.com

作者简介: 肖玉萍(1986—),女,青海省湟中县人,助理工程师,主要从事卤水和岩石矿物分析和研究工作。

张旭(1982—),男,郑州市人,助理工程师,主要从事卤水和岩石矿物分析和研究工作。

收稿日期: 2010-11-25; 接受日期: 2010-12-19

定,加入 0.5—1mL 三氯甲烷和 0.1g 碳酸钠。

碘化钾溶液: 50% 水溶液。

硫氰酸铵溶液: 20% 水溶液。

2.2 实验方法

称取 0.2000g—0.5000g 试样于 250mL 烧杯中,加入 15mL $12\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$,先加入 0.2g 氯酸钾,会产生大量气泡,待产生气泡停止后,将烧杯放在电热板上加热,加热 3—5min 后,再加入 5mL $15\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HNO}_3$ 继续加热至溶液体积为 3—5mL 取下,加入 3g 氯化铵,用玻璃棒搅至湿盐状,加入 20mL 氨水,搅拌均匀,用 2.1 节所配制氯化铵—氨水洗液将烧杯中的溶液冲入 250mL 容量瓶定容并摇匀。

干过滤于 100mL 容量瓶中,充满至刻度,将溶液全部倒入 250mL 锥形瓶,用少量 2.1 节所配制氯化铵—氨水洗液冲洗容量瓶,在锥形瓶中放入数粒玻璃珠,在电热板上慢慢加热除去过剩的氨,至体积约为 20mL,取下冷却。稀释体积约为 50mL,加入 1:1 乙酸 4mL,碘化钾溶液 3mL,用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色,再加入硫氰酸钾 2mL,淀粉溶液 3mL,继续滴定至蓝色消失为终点。

3 结果与讨论

3.1 干扰离子的影响

铜精矿中主要干扰铜测定的元素为铁和硫,由于其他元素含量均不高,所以对铜的测定无影响。

样品经过盐酸,硝酸分解,在大量氯化铵存在下,可用氨水小体积分离沉淀铁等元素^[4]。

加入氯酸钾,可避免单体硫的析出,减少硫对铜测定的影响^[2]。

在滴定过程中,硫氰酸钾的加入时间对铜的测定也有影响,应在滴定临近终点 0.5mL 时加入硫氰酸钾最为适宜^[5]。

3.2 标准物质分析

用铜精矿标准物质 GBW07166(GSO-5) [wt(Cu) % 标准值 24.2 ± 0.2] 为样品,准确称取 7 份 0.5000g 试样溶解,用本法和传统方法分别测定 Cu 的含量,结果见表 1。

表 1 分析结果对照

($n=7$)

项目	wt(Cu) (%)							
	本法				传统方法			
分次测定	24.16	24.28	24.20		24.16	24.32	24.24	
平均值	24.16	24.32	24.12	24.12	24.28	24.28	24.12	24.36
相对偏差	0.078				0.085			
RSD(%)	0.32				0.35			

4 结语

本法将传统方法中用定性滤纸过滤,滤液以 250mL 锥形瓶承接,用氯化铵—氨水洗液洗涤滤纸 5—6 遍,弃沉淀一步改为用氯化铵—氨水洗液将烧杯中的溶液冲入 250mL 容量瓶。干过滤于

100mL 容量瓶中, 充满至刻度, 将溶液全部倒入 250mL 锥形瓶, 用氯化铵-氨水洗液冲洗容量瓶。提高了实验效率, 使得实验更为快捷、迅速。

参考文献

- [1] 孙健, 宋吉国, 王岩等. 进口铜精矿原产地的放射性风险类别和管理措施研究[J]. 检验检疫科学, 2007, 17(3): 76—78.
- [2] 中华人民共和国国家标准. 铜精矿化学分析方法——碘量法测铜[S]. GB/T 1—2000. 北京: 中国标准出版社, 2001.
- [3] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析(第一分册)[M]. 第 3 版, 北京: 地质出版社, 1991. 411—413.
- [4] 地质矿产科学技术公司实验管理处编. 中华人民共和国地质矿产部部规程 岩石和矿石分析规程(第一分册)[M]. DZG93-01-DZG93-12, 西安: 陕西科学技术出版社, 1993. 8—9.
- [5] 曹双喜, 黎成勇. 对“碘量法滴定铜的改进”的异议[J]. 长沙大学学报, 1998, 12(4): 88—89.

Determination of Copper in Copper Concentrate by Iodometry

XIAO Yu-Ping ZHANG Xu CAO Hong-Jie

(The Test Center of Qinghai Province Comprehensive Geological Mineral Courty ar d Chaidamu, Geer mu, Qinghai 816000, P.R. China)

Abstract The iodometric method is the use of the redox titration analysis method of iodine and iodide ions. This method was based on the traditional iodometric method, and the analysis of process was simplified and improved, then purpose was reached the rapid determination of copper in copper concentrate. the method is reliable and efficient.

Key words Iodometry; Copper Concentrate; Copper

17 种科技期刊单篇论文的平均售价

刊名	刊期	开本	每期页码	单价(元)	论文篇数	单篇论文平均售价(元)	单篇论文平均售价的排序 ^①
福建分析测试	双月	大 16	64	5	18	0.28	1
理化检验(化学分册)	月	大 16	144	15	48	0.31	2
分析科学学报	双月	大 16	140	10	30	0.31	2
岩矿测试	双月	大 16	160	10	25	0.33	3
分析化学	月	大 16	160	15	40	0.38	4
分析测试学报	月	大 16	124	12	28	0.42	5
光谱实验室	双月	16	612	70	140	0.50	6
分析试验室	月	大 16	124	18	30	0.60	7
高等学校化学学报	月	大 16	220	30	40	0.75	8
冶金分析	月	大 16	80	15	19	0.79	9
质谱学报	双月	大 16	64	15	17	0.88	10
光学学报	月	大 16	216	40	40	1.00	11
化学通报	月	大 16	96	20	18	1.11	12
化学学报	半月	大 16	120	20	18	1.11	13
量子电子学报	双月	大 16	128	30	25	1.20	14
钢铁研究学报	月	大 16	64	20	15	1.33	15
中国激光	月	大 16	320	125	58	2.16	16

2012 年《光谱实验室》 征订启事

《光谱实验室》, 双月刊, 16 开, 每册 612 页, 发表论文约 140 篇, 单月 25 日出版。单价: 70 元/册; 年价: 420 元/卷。单篇论文平均售价(单价与发表论文篇数之比)的排序, 在 17 种科技期刊中为 7(右表), 居中。

欲订阅的读者请到当地国家邮电局(所)办理订阅手续, 邮发代号为 82-863。错过时间者, 可通过电子邮件(发到 gpsys@periodicals.net.cn)与本编辑部联系直接订阅。

《光谱实验室》编辑部

① 排序越前者, 售价越低。