



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.5—2004
代替 GB/T 1824—1979

锡精矿化学分析方法 砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法和 蒸馏分离-碘滴定法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Determination of arsenic content—The molybdoantimonyarsenate blue
spectrophotometric method and the distillation-iodimetric titrimetric method

2004-02-05 发布

2004-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准是对 GB/T 1824—1979《锡精矿中砷量的测定（一、卑磷酸盐—碘量法）、（二、二乙基二硫代氨基甲酸银吸光光度法）》的修订。修订的主要内容是：修订采用砷锑钼蓝分光光度法测定砷量，列为方法 1。测定范围：0.002 5%~0.35%。将卑磷酸盐沉淀分离改为简易蒸馏分离，碘滴定法测定砷量，列为方法 2。测定范围：>0.35%~10.00%。

本标准从实施之日起，同时代替 GB/T 1824—1979。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司起草。

本标准由广西高峰矿业有限责任公司、个旧市有色金属加工厂参加起草。

本标准主要起草人：方法 1：陈林、杨俊、殷刚、白艳华、李志红。方法 2：杨自华、郭万里。

本标准主要验证人：方法 1：刘新华、杨国元、张富亮、李华民。方法 2：庞鹏、李华民、龙岩、董玉玲。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 1824—1979。

锡精矿化学分析方法

砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法和 蒸馏分离-碘滴定法

方法 1 砷锑钼蓝分光光度法

1 范围

本标准规定了锡精矿中砷含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中砷含量的测定。测定范围:0.002 5%~0.35%。

2 方法原理

试料用盐酸、氯酸钾分解,在硫酸介质中,用锌粒将砷还原为砷化氢气体与基体分离,逸出气体用碘液吸收。在稀硫酸介质中,砷与钼酸铵、酒石酸锑钾、抗坏血酸形成三元络合物,于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无砷锌粒($\phi 3\sim 7$ mm)。

3.2 氯酸钾。

3.3 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

3.4 硫酸($\rho 1.84$ g/mL)。

3.5 过氧化氢(30%)

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 硫酸(1+1)。

3.8 硫酸(1+6)。

3.9 酒石酸溶液(300 g/L)。

3.10 氯化亚锡溶液(400 g/L):称取 40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 200 mL 烧杯中,加约 80 mL 盐酸(3.6)盖上表皿,微热使溶液完全清亮,冷却至室温,再以盐酸(3.6)稀释至 100 mL,混匀。

3.11 吸收液:称取 1 g 碘片和 5 g 碘化钾混匀后,用水溶解并稀释至 500 mL。

3.12 抗坏血酸溶液(30 g/L)。

3.13 钼酸铵溶液(40 g/L)。

3.14 酒石酸锑钾溶液(4.5 g/L)。

3.15 显色溶液:取 50 mL 硫酸(3.8),25 mL 抗坏血酸溶液,20 mL 钼酸铵溶液,5 mL 酒石酸锑钾溶液,混匀,用时现配。

3.16 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.17 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 预先在 105℃ 烘干至恒量的三氧化二砷(基准试剂)于 150 mL 烧杯中,用 10 mL 氢氧化钠溶液溶解,加 5 mL 硫酸(3.7),0.5 mL 过氧化氢,加热煮沸 10 min,冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。

3.18 砷标准溶液:移取 50.00 mL 砷标准贮存溶液(3.17),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 砷。