



中华人民共和国国家标准

GB/T 23513.2—2009

锗精矿化学分析方法 第2部分：砷量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Chemical analysis methods for germanium concentrate—
Part 2: Determination of arsenic content—Ferrous ammonium sulfate titration

2009-04-08 发布

2010-02-01 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

GB/T 23513《锆精矿化学分析方法》分为五部分：

- 第 1 部分：锆量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：砷量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 硫酸钡重量法；
- 第 4 部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第 5 部分：二氧化硅量的测定 重量法。

本部分为第 2 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：云南临沧鑫圆锆业股份有限公司。

本部分参加起草单位：湖南怀化市洪江恒昌锆业有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、南京锆厂有限责任公司、北京国晶辉红外光学科技有限公司。

本部分主要起草人：包文东、李贺成、普世坤、郑洪、高孟朝、王坚。

锗精矿化学分析方法

第2部分:砷量的测定

硫酸亚铁铵滴定法

1 范围

GB/T 23513 的本部分规定了锗精矿中砷含量的测定方法。

本部分适用于锗精矿中砷含量的测定。测定范围:0.2%~20%。

2 方法原理

试料以硝酸、氟化铵、溴水分解,再用硫酸分解并驱赶硝酸后,在盐酸介质中以硫酸铜为催化剂,用次亚磷酸钠把砷还原为单质砷,过滤分离。以重铬酸钾标准溶液溶解并氧化为五价砷;用硫酸亚铁铵标准溶液滴定过量的重铬酸钾溶液,间接测定砷。

3 试剂

除另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 次亚磷酸钠($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 3.2 硫酸($\rho 1.83 \text{ g/mL}$)。
- 3.3 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。
- 3.4 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。
- 3.5 磷酸($\rho 1.68 \text{ g/mL}$)。
- 3.6 硫酸(1+1)。
- 3.7 盐酸(1+1)。
- 3.8 溴水(3%)。
- 3.9 氯化铵溶液(50 g/mL)。
- 3.10 硫酸铜溶液(5%)。
- 3.11 盐酸(1+3+0.5% $\text{NaPO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 3.12 氟化铵溶液(10%)。
- 3.13 硫-磷混酸:于1 000 mL烧杯中,先加入700 mL水,然后徐徐加入150 mL硫酸(3.2)和150 mL磷酸(3.5),混匀。
- 3.14 二苯胺磺酸钠指示剂(10 g/L)。
- 3.15 重铬酸钾标准溶液:称取预先在150 °C烘干至恒重的基准重铬酸钾1.6361 g于500 mL烧杯中,加100 mL水,搅拌完全溶解后移入1 000 mL容量瓶中,以水定容,混匀。 $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 为0.03337 mol/L。
- 3.16 硫酸亚铁铵标准溶液。

3.16.1 配制

称取预先在干燥器内干燥了的6.2294 g硫酸亚铁铵于1 000 mL烧杯中,加500 mL水,徐徐加入100 mL硫酸(3.2),搅拌完全溶解冷却后,移入1 000 mL容量瓶中,以水定容,混匀。

3.16.2 标定

用移液管向300 mL锥形瓶中加入25 mL硫酸亚铁铵标准溶液(3.16.1)(V_3),再加入20 mL硫-磷