



中华人民共和国国家标准

GB/T 15927—1995

砷矿石化学分析方法 碱熔分离——碘量法测定砷量

Method for chemical analysis of arsenic ores—
Determination of arsenic content—
Iodimetric method after pre-separation by fusion

1995-12-20 发布

1996-08-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

砷矿石化学分析方法 碱熔分离——碘量法测定砷量

GB/T 15927—1995

Method for chemical analysis of arsenic ores—
Determination of arsenic content—
Iodimetric method after pre-separation by fusion

1 主题内容与适用范围

本标准规定了砷矿石中砷含量的测定方法。

本标准适用于砷矿石中砷含量的测定,测定范围:0.5%以上。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 3258.8 铋精矿化学分析方法 碘量法测定砷

3 方法提要

试样经过氧化钠和碳酸钠熔融,水提取,溶液用硫酸酸化后,用碘化钾还原,用酒石酸钠络合铅、锡、锌等元素,再用碘标准溶液滴定砷,计算砷量。

4 试剂

4.1 过氧化钠-碳酸钠混合熔剂(2+1, $m+m$)。

4.2 过氧化氢。

4.3 硫酸(1+1)。

4.4 氨水(1+1)。

4.5 碘化钾溶液(500 g/L)。

4.6 酒石酸钠 $[(C_4H_4O_6)Na_2 \cdot 2H_2O]$ 溶液(200 g/L)。

4.7 硫代硫酸钠标准溶液 $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.8 饱和碳酸氢钠溶液(120 g/L)。

4.9 砷标准溶液:称取 1.320 2 g 已在 105℃ 烘 2 h 光谱纯三氧化二砷,置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)溶解,加 2 滴酚酞指示剂(4.13),用硫酸(4.3)中和溶液至微酸性,冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液浓度 0.001 0 g/mL。

4.10 碘标准溶液 $[c(1/2I_2) = 0.01 \text{ mol/L}]$:称取碘片 1.27 g,放入预先加有 40 g 碘化钾及 25 mL 水的带塞锥形瓶中,盖紧后摇动至碘全部溶解,移入 1 000 mL 棕色瓶中,用水定容至 1 000 mL,摇匀。

4.11 标定

于 500 mL 锥形瓶中,溶解 3 g 碳酸氢钠于 100 mL 水中,加 5 mL 淀粉溶液(4.12),用碘标准溶液

国家技术监督局 1995-12-20 批准

1996-08-01 实施

(4.10) 滴定至浅蓝色, 然后加入 10.00 mL 砷标准溶液(4.9), 再滴定至浅蓝色, 即为终点, 同时标定三份, 取算术平均值(所消耗的碘标准溶液体积差值不得超过 0.1 mL, 否则重新进行标定)。并同时进行空白试验。

按式(1)计算 1 mL 碘标准溶液相当于砷的量:

$$T = \frac{m}{V - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——1 mL 碘标准溶液相当于砷的量, g/mL;

m ——所取砷标准溶液的砷量, g;

V ——滴定时所消耗碘标准溶液体积, mL;

V_0 ——试剂空白所消耗碘标准溶液体积, mL;

4.12 淀粉溶液(5 g/L)。

4.13 酚酞指示剂(1 g/L)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

含 量 %	称样重量 g	分取溶液 mL
>0.5~2	1.000 0±0.001	25
>2~10	0.500 0±0.000 5	25
>10~20	0.200 0±0.000 3	25

5.2 空白试验

随同试料做双份空白试验。

5.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于镍坩埚中, 加入 4~8 g 过氧化钠-碳酸钠混合熔剂(4.1), 搅拌均匀, 在 650℃ 熔融 5 min, 取出冷却, 放入盛有 60 mL 水的 250 mL 烧杯中浸取, 用水洗出坩埚, 如溶液中有高价锰的颜色, 则滴加过氧化氢(4.2)消除, 煮沸除去剩余过氧化氢, 冷却后, 将沉淀连同溶液全部移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置澄清。

注: 碱熔后, 钙的碳酸盐沉淀对砷的吸附也很小, 50 mg 以内对结果无影响。铁、钙共存时, 当 $\text{Fe}_2\text{O}_3 > 250 \text{ mg}$ 、 $\text{CaO} > 20 \text{ mg}$, 使砷的结果偏低。

5.4.2 移取清液 25 mL, 放入 500 mL 锥形瓶中, 用水稀释至 100 mL, 加入 1 滴酚酞指示剂(4.13), 用硫酸(4.3)中和并过量 5 mL, 加入 2 mL 碘化钾溶液(4.5), 加热煮沸, 除去大部分游离碘, 直至溶液呈浅黄色为止, 取下, 在流水中冷却, 加入 25 mL 酒石酸钠溶液(4.6)(可阻止铝、锌在中和时水解吸附砷), 用水稀释至约 120 mL, 加入 5 mL 淀粉溶液(4.12), 小心滴加硫代硫酸钠溶液(4.7)至蓝色褪去, 不能过量。

5.4.3 用氨水(4.4)中和至酚酞变微红色, 滴加硫酸(4.3)至微红色刚消失, 再过量 2~3 滴使溶液成微酸性, 流水冷却, 加入 25 mL 饱和碳酸氢钠溶液(4.8), 用碘标准溶液(4.10)滴定至蓝色出现即为终点(砷还原后, 不能久搁, 一般在 4 h 内完成)。

注：① 试样溶液中锑含量小于 2 mg 无影响，高于 2 mg 时，使结果略有偏高。铜、铅、硅对测定无影响。锡在中和时水解析出沉淀，使结果偏低，当锡量高时，应采用王水分解样品，使锡与砷分离或采用其他分析方法。

② 毫克量的铬、钒、钨、钼对测定无影响，但钼量大于 20 mg 时，钼被碘化钾还原成钼蓝，使终点无法观察。应预先用萃取分离。

6 分析结果的计算

按式(2)计算砷的含量：

$$W_{As}/\% = \frac{(V_1 - V_0) \times T \times V_3}{m_s \times V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： V_1 ——滴定所消耗碘标准溶液的体积，mL；

V_0 ——滴定空白试验(5.2)消耗的碘标准溶液的体积，mL；

T ——1 mL 碘标准溶液相当于砷的量，g/mL；

V_2 ——分取试液体积，mL；

V_3 ——溶液总体积，mL；

m_s ——试料，g。

7 精密度

表 2

含量范围，%	重复性 r	再现性 R
0.99~11.51	$r=0.043\ 1+0.009\ 5\ m$	$R=0.109\ 1\ m^{0.500\ 1}$

附加说明：

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心技术归口。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人黄会平。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
砷矿石化学分析方法
碱熔分离——碘量法测定砷量
GB/T 15927—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:8522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1996年8月第一版 1996年8月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-12473 定价 8.00 元

*

标 目 289—105



GB/T 15927-1995