

中华人民共和国国家标准

GB 8152.1~8152.8—87

铅精矿化学分析方法

Methods for chemical analysis of lead concentrates

1987-08-10发布

1988-06-01实施

国家标准局 发布

铅精矿化学分析方法
砷铋钼蓝分光光度法测定砷量

UDC 622.344.1
543.06

GB 8152.7—87

Methods for chemical analysis of lead concentrates
The arsenic-bismuth-molybdenum blue
spectrophotometric method for the
determination of arsenic content

本标准适用于铅精矿中砷量的测定。测定范围：0.1%~1.0%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用氯酸钾饱和的硝酸分解，硫酸冒烟沉淀分离铅。在1.25mol/L硫酸介质中，砷被锌粒还原生成砷化氢气体，吸收于碘液中。加入混合显色剂和抗坏血酸使其成砷铋钼蓝络合物，于分光光度计720nm处测量吸光度。按标准曲线法计算砷量。

2 试剂

2.1 无砷锌粒，直径3~4mm。

2.2 氯酸钾饱和的硝酸。

2.3 硫酸(1+1)。

2.4 酒石酸溶液(20%)。

2.5 碘化钾溶液(20%)。

2.6 氯化亚锡溶液(20%)，以盐酸(1+1)配制。

2.7 碘吸收液(0.05%)：称取0.25g碘置于200ml烧杯中，加入15ml无水乙醇，溶解后，在搅拌下缓慢移入400ml水中，用水稀释至500ml，混匀。贮存于棕色瓶中。

2.8 亚硫酸钠溶液(5%)。

2.9 抗坏血酸溶液(2%)。

2.10 乙酸铅脱脂棉：将脱脂棉浸入含有0.5%乙酸的10%乙酸铅溶液中，浸透后取出，于空气中干燥后备用。

2.11 酚酞指示剂(0.1%)。

2.12 混合显色剂：称取30g钼酸铵溶于300ml水中；50g酒石酸钾钠溶于250ml水中；4g硝酸铋溶于375ml硫酸(1+2)中。将钼酸铵溶液与酒石酸钾钠溶液混合后，移入硝酸铋溶液中，用水稀释至1000ml，混匀。

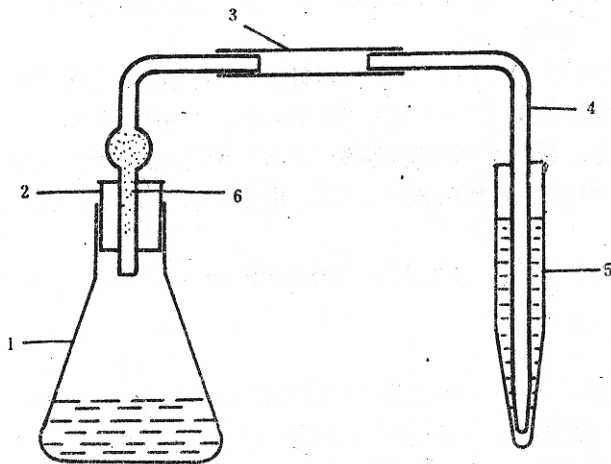
2.13 砷标准贮存溶液：称取0.1320g三氧化二砷基准试剂(预先在100~105℃烘1h，置于干燥器中冷至室温)于200ml烧杯中，加20ml氢氧化钠溶液(10%)，微热溶解，加50ml水、2滴酚酞指示剂(2.11)。用硫酸(2.3)中和至无色，并过量1ml。将溶液移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100μg砷。

2.14 砷标准溶液：移取50.00ml砷标准贮存溶液(2.13)于250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含20μg砷。

3 仪器及装置

3.1 分光光度计。

3.2 砷化氢气体发生-吸收装置(如图)。



砷化氢气体发生-吸收装置

1—125ml 砷化氢发生瓶；2—瓶塞；3—胶皮管；4—导管；
5—吸收管；6—乙酸铅脱脂棉

4 试样

4.1 试样粒度小于0.100mm。

4.2 试样在100~105℃烘1h，置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

砷量, %	试样量, g	稀释体积, ml	分取试液体积, ml
0.10~0.30	0.5000	100	10.00
>0.30~0.60	0.5000	100	5.00
>0.60~1.00	0.5000	200	5.00

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于250ml烧杯中，用少量水润湿，加20ml氯酸钾饱和的硝酸(2.2)，盖上

表皿，置于电热板上低温溶解，待试样溶解完全后，取下稍冷。

5.3.2 用水吹洗表皿及杯壁，加10ml硫酸(2.3)，加热至冒浓白烟取下，冷却。

5.3.3 用水吹洗表皿及杯壁并稀释至体积60ml，加热溶解盐类，取下冷至室温，按表1的稀释体积移入相应的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。静置。

5.3.4 按表1分取试液的上清液(5.3.3)，置于125ml砷化氢气体发生瓶中。加入6ml硫酸(2.3)、5ml酒石酸溶液(2.4)、5ml碘化钾溶液(2.5)、5ml氯化亚锡溶液(2.6)，用水稀释至50ml，混匀。放置10min。

5.3.5 溶液中加入5g无砷锌粒(2.1)，立即塞紧插有导管〔内装乙酸铅脱脂棉(2.10)〕的瓶塞，将导管另一端插入盛有15ml碘吸收液(2.7)的吸收管底部，于室温20~30℃吸收40min。

5.3.6 取出导管，用水吹洗，滴加亚硫酸钠溶液(2.8)至无色。将溶液移入50ml容量瓶中，加5ml混合显色剂(2.12)、5ml抗坏血酸溶液(2.9)，用水稀释至刻度，混匀。放置20min。将部分试液移入1cm比色皿中。

5.3.7 以随同试样的空白为参比，于分光光度计波长720nm处，测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

5.4 工作曲线的绘制

移取0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00ml砷标准溶液(2.14)，分别置于一组125ml砷化氢气体发生瓶中，加入7ml硫酸(2.3)，加5ml酒石酸溶液(2.4)、5ml碘化钾溶液(2.5)、5ml氯化亚锡溶液(2.6)，用水稀释至50ml，混匀。放置10min。以下按5.3.5~5.3.6款进行。以试剂空白为参比，于分光光度计波长720nm处，测量其吸光度。以砷量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算砷的百分含量：

$$\text{As}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_1 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_2} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的砷量， μg ；

V_1 ——试液的总体积，ml；

V_2 ——分取试液的体积，ml；

m_0 ——试样量，g。

分析结果表示到小数点后第二位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

砷 量	允 许 差
0.10~0.30	0.03
>0.30~0.60	0.05
>0.60~0.80	0.08
>0.80~1.00	0.10

%

附加说明:

本标准由北京矿冶研究总院技术归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准由沈阳冶炼厂起草。

本标准主要起草人徐邦运、刘国红。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 495—75《铅精矿化学分析方法》作废。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铅 精 矿 化 学 分 析 方 法
GB 8152.1~8152.8-87

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷
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 2 字数 52 000
1988年3月第一版 1988年3月第一次印刷
印数 1—2 500

*

书号: 15169·1-5475 定价 0.95 元

*

标 目 86—41