

GB/T 2464—1996

前 言

本标准对 GB/T 2464—81《硫铁矿和硫精矿中砷的测定方法》进行修订。

本标准非等效采用 ГOCT 444—75(92)《浮选黄铁矿》中砷的测定方法。在砷化氢吸收液组成上与 ГOCT 444—75(92)有所不同。

本标准在修订过程中,经过深入调查研究、大量资料分析,确认前版标准技术仍然先进合理,准确可靠,本标准保留前版标准的主要技术内容。

本标准自生效之日起,代替 GB/T 2464—81。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准负责起草单位:化学工业部化工矿山设计研究院。

本标准参加起草单位:云浮硫铁矿企业集团公司、南化公司研究院、大田硫铁矿、川化集团公司、湛江企业集团公司等。

本标准主要起草人:王昭文、辜丽华。

本标准于 1981 年 10 月首次发布,1988 年 12 月复审确认。

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

中华人民共和国国家标准

硫铁矿和硫精矿中砷含量的测定

Ag-DDTC 分光光度法

GB/T 2464—1996

Pyrites and concentrate—Determination of arsenic content—
Ag-DDTC spectrophotometric method

代替 GB/T 2464—81

1 范围

本标准规定了 Ag-DDTC 分光光度法测定砷含量。

本标准适用于硫铁矿和硫精矿产品中砷含量 0.005%~0.50% 的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 9721—88 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

GB/T 6003—85 试验筛

3 方法提要

试样以氯酸钾-硝酸溶解,在硫酸介质中,以二氯化锡和碘化钾将砷酸还原成亚砷酸,再用金属锌将亚砷酸还原成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银的三乙醇胺-氯仿溶液吸收。砷化氢将试剂中银还原为红色胶状元素银,于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度,以工作曲线法求出砷含量。

4 试剂和溶液

本标准所用水应符合 GB/T 6682—92 中三级水的规格,所列试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

4.1 氯酸钾。

4.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

4.3 二氯化锡溶液:400 g/L。称取二氯化锡 40 g 加入 50 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),加热使其溶解。用水稀释至 100 mL,摇匀,加入几粒金属锡,贮于棕色试剂瓶中。

4.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)(优级纯)溶液:1+1。

4.5 氢氧化钠溶液:200 g/L,贮于塑料瓶中。

4.6 无砷锌粒粒度:1~3 mm。

4.7 酒石酸溶液:500 g/L。

4.8 碘化钾溶液:300 g/L。

4.9 乙酸铅脱脂棉:称取 11.8 g 乙酸铅,溶于 100 mL 水中,加入几滴冰乙酸,将脱脂棉浸入此溶液中,2 h 后取出挤净溶液,晾干、备用。

4.10 硝酸银溶液:0.1 mol/L。称取 3.4 g 硝酸银溶于 200 mL 水中,滴加 1~2 滴硝酸,酸化。

国家技术监督局 1996-10-25 批准

1997-05-01 实施

GB/T 2464—1996

4.11 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液:0.1 mol/L。称取铜试剂 $[(C_2H_5)_2NCS_2Na \cdot 3H_2O]$ 4.5 g,溶于200 mL水中。

4.12 二乙基二硫代氨基甲酸银(Ag-DDTC)。

也可按下列方法制备:将200 mL硝酸银溶液(4.10)在不断搅拌下缓缓倒入200 mL铜试剂溶液(4.11)中,生成黄色沉淀,静置澄清后弃去上层清液,用水清洗3次再洗涤沉淀4~5次。然后再将沉淀置于真空干燥箱内,于30℃真空干燥或于室温阴干后保存在棕色干燥器内备用。

4.13 砷化氢吸收液:称取0.300 g粉状Ag-DDTC(4.12),溶于100 mL三氯甲烷中,加入3 mL三乙醇胺,摇匀,放置后用脱脂棉过滤,滤液贮存于棕色瓶中置暗处备用(此吸收液可保存两周)。

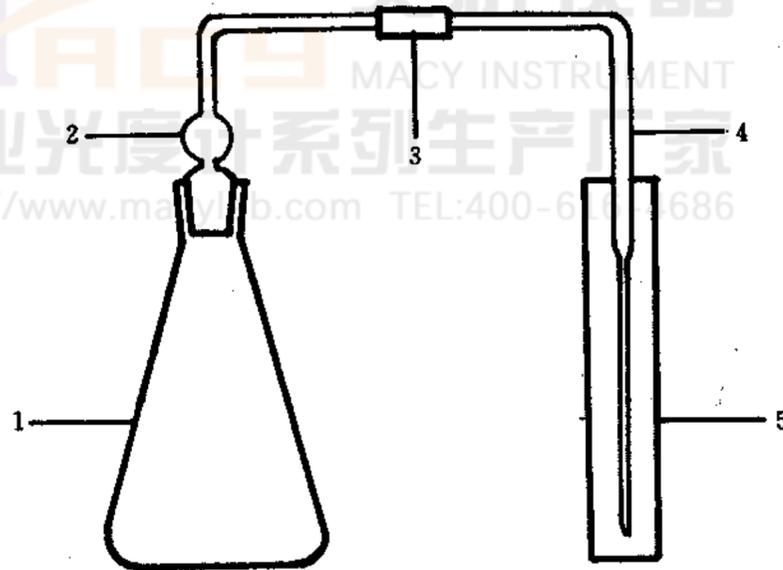
4.14 砷标准溶液:100 μg/mL。称取0.1320 g预先在70~80℃干燥2 h的三氧化二砷(基准试剂)于100 mL烧杯中,加2 mL氢氧化钠溶液(4.5),搅拌溶解,加少量水及一滴酚酞指示液(1 g/L),滴加硫酸溶液(4.4)中和到红色消失。然后移入1000 mL容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。此溶液1 mL含100 μg砷。

4.15 砷标准溶液:2.5 μg/mL。吸取25.0 mL砷标准溶液(4.14)于1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液1 mL含2.5 μg砷。

5 仪器

5.1 分光光度计:应符合GB/T 9721—88的规定。

5.2 砷化氢气体的发生及吸收装置,如图1。



1—砷化氢气体发生瓶(100 mL磨口锥形瓶);2—连接气体导管的磨口塞,并带有直径20 mm硫化氢吸收球,内装乙酸铅棉花;3—连接两个玻璃导气管的乳胶管;4—气体导管,出口处内径<1 mm; 5—砷化氢气体吸收管(10 mL具塞比色管)

图1 砷化氢气体发生、吸收装置

6 试样

试样通过150 μm试验筛(GB/T 6003),于100~105℃干燥至恒量,置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 按表1称取试样(精确至0.001 g)置于150 mL烧杯中。

7.2 用少量水润湿试样,加入约0.5 g氯酸钾(4.1)和10 mL硝酸(4.2),摇匀。盖上表面皿,加热,待试样分解完全后加5 mL硫酸(4.4)蒸发至冒白烟(切勿蒸干)。取下稍冷,小心用水洗烧杯壁一次,再加热至冒白烟(切勿蒸干),取下冷却后加20 mL水,加热使可溶性盐类溶解。冷却后移入100 mL容量瓶中,

GB/T 2464—1996

用水稀至刻度,摇匀。

表 1 称样量与吸取试样溶液的体积

砷(As)含量, %	称样量, g	稀释体积, mL	吸取试样溶液体积, mL
≤0.01	0.5	100	25.0
>0.01~0.05	0.5		10.0
>0.05~0.20	0.2		5.0
>0.2~0.5	0.1		5.0

7.3 按表 1 规定吸取试样溶液(7.2),置于砷化氢气体发生瓶中,加 5 mL 硫酸溶液(4.4),5 mL 酒石酸溶液(4.7),加水至体积约 35 mL。

7.4 加 3 mL 碘化钾溶液(4.8),2 mL 二氯化锡溶液(4.3),混匀,放置 15 min,加入 5 g 锌粒(4.6)迅速塞紧塞子,将气体导管立即插入盛有 10.0 mL 砷化氢吸收液(4.13)的吸收管中。吸收 40 min 后,取出导管。以少量三氯甲烷冲洗导管,洗液合并入吸收管中,滴加三氯甲烷补足体积至 10.0 mL 加塞,摇匀。

注

1 砷化氢气体吸收管和气体导管每次使用后应洗涤干净、烘干、备用。

2 砷化氢气体发生和吸收装置中各接头处,必须接合严密,使用前应进行检查,防止砷化氢气体逸失。

7.5 用 1 cm 吸收池,于分光光度计波长 530 nm 处,以空白试验溶液作参比测量吸光度,从工作曲线上查出相应的砷的质量。

7.6 与试样测定同时做空白试验。

8 工作曲线的绘制

8.1 移取 0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 的砷标准溶液(4.15)(相当于 0、5、10、15、20、25 μg 的砷)分别置于一组砷化氢气体发生瓶中,各加 5 mL 硫酸溶液(4.4),5 mL 酒石酸溶液(4.7),加水到体积约 35 mL。以下按 7.4、7.5 进行,其中以零浓度溶液作参比。

8.2 以砷浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 分析结果的表述

以质量百分数表示的砷(As)的含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times V/100} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得被测试样溶液中的砷的质量, μg;

V ——分取试样溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g。

10 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 2 所列允许差。

GB/T 2464—1996

表 2 允许差

%

砷(As)含量	允许差
≤0.010	0.006
>0.010~0.050	0.008
>0.050~0.100	0.015
>0.10~0.30	0.03
>0.30~0.50	0.04


美析仪器
 MACY INSTRUMENT
 专业光度计系列生产厂家
 HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686