



中华人民共和国国家标准

GB/T 1516—2006
代替 GB/T 1516—1979

锰矿石 砷含量的测定 二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

Manganese ores—Determination of arsenic content—
Silver diethyldithiocarbamate spectrophotometric method

2006-09-12 发布

2007-02-01 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

本标准代替 GB/T 1516—1979《锰矿石中砷量的测定》。

本标准与 GB/T 1516—1979 相比,主要变化如下:

- 测定范围(质量分数)由 0.005%~0.10%改为 0.005%~0.20%;
- 在 4.12 中增加了乙酸铅脱脂棉的使用说明;
- 对砷化氢气体发生与吸收装置导管和吸收管的长度不作规定,但规定了吸收管 10 mL 刻线至管口的最小距离;
- 标准中增加了安全警告;
- 对测定允许差进行了修改。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:桂林矿产地质研究院。

本标准主要起草人:靳晓珠、杨仲平、李赋屏、黄华鸾、施意华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 1516—1979。

锰矿石 砷含量的测定

二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了用二乙氨基二硫代甲酸银光度法测定砷含量。

本标准适用于锰矿石和锰精矿中砷含量的测定,测定范围(质量分数):0.005%~0.20%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2011 散装锰矿石取样、制样方法(GB/T 2011—1987, neq ISO 3081:1983)

GB/T 14949.8 锰矿石化学分析方法 湿存水量的测定(GB/T 14949.8—1994, eqv ISO 310:1981)

3 原理

试料用过氧化钠熔融,水浸取,硫酸酸化,在硫酸介质中,加入碘化钾、氯化亚锡将五价砷还原为三价,然后用金属锌将低价砷还原为砷化氢气体。逸出的砷化氢用二乙氨基二硫代甲酸银-三氯甲烷溶液吸收,生成棕红色的胶态银,于波长 525 nm 处,测量吸光度,计算砷含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 过氧化钠。

4.2 无砷锌粒:直径 0.9 mm~1.54 mm,砷含量不大于 0.000 010%。

4.3 三氯甲烷。

4.4 过氧化氢, $\rho=1.11\text{ g/cm}^3$ 。

4.5 硫酸,1+1。

4.6 氯化铵溶液,50 g/L。

4.7 酒石酸溶液,500 g/L。

4.8 硫酸铁溶液:称取 22.72 g 硫酸铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于少量水中,加入 2 mL 硫酸(4.5),移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 约含铁 10 mg。

4.9 硫酸锰溶液:称取 49.2 g 硫酸锰 $[\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 溶于水中,加 2 mL 硫酸(4.5),移入 500 mL 容量瓶中(如浑浊则过滤),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 约含锰 32 mg。

4.10 氯化亚锡溶液,200 g/L。称取 20 g 氯化亚锡 $[\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$,加热溶解于 25 mL 盐酸中,冷却后,加水稀释至 100 mL,混匀,用时配制。配制后加入 1 g 锡粒,保存于棕色瓶中,5 日内有效。

4.11 碘化钾溶液,100 g/L。用时配制。

4.12 乙酸铅脱脂棉:称取 10 g 乙酸铅溶解于 100 mL 乙酸溶液(5+95),将脱脂棉浸入该溶液中,取出

挤压后自然风干,保存于磨口瓶中备用。当使用过程中脱脂棉 1/3 变黑时,应更换。

4.13 砷化氢吸收液:称取 2 g 二乙氨基二硫代甲酸银,置于 500 mL 棕色瓶中,加入 480 mL 三氯甲烷和 20 mL 三乙醇胺,加塞摇动使之溶解,放置过夜后使用。如浑浊,则干过滤后使用。

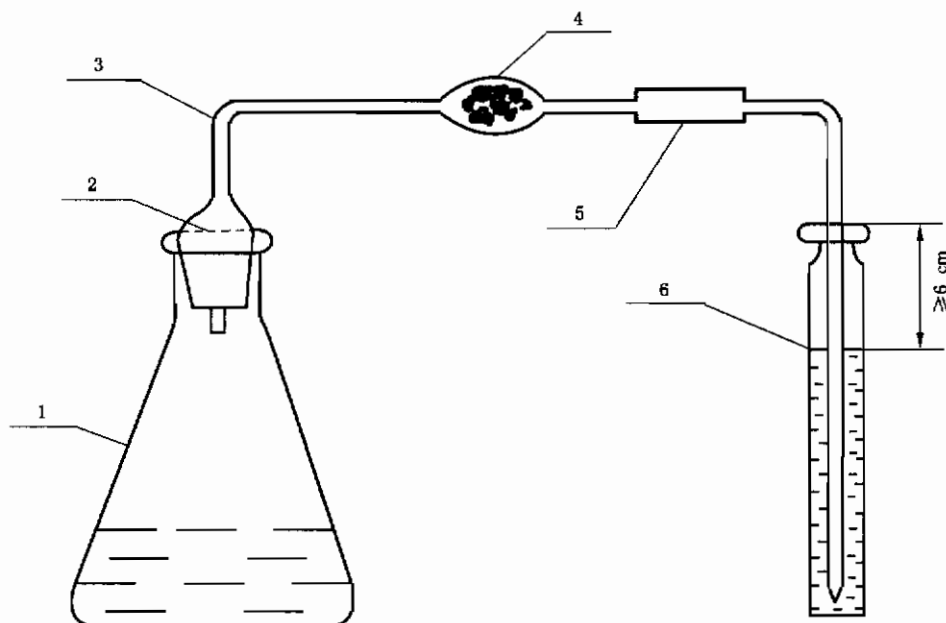
4.14 砷标准溶液

4.14.1 称取 0.132 0 g 预先在 105℃~110℃ 干燥 2 h 的三氧化二砷(基准试剂),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)溶解后,以硫酸(4.5)酸化至石蕊试纸变红,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 100 μg。

4.14.2 分取 25.00 mL 砷标准溶液(4.14.1)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 5 μg。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器及砷化氢气体发生与吸收装置。



- 1——砷化氢气体发生瓶(150 mL 锥形瓶);
- 2——磨口塞;
- 3——气体导管(内径 $\phi 4$ mm、出口处内径 $\phi 1$ mm);
- 4——玻璃球(球径 $\phi 15$ mm、内盛乙酸铅脱脂棉);
- 5——乳胶管;
- 6——吸收管(10 mL 带塞比色管,为防止氢化发生时吸收液溅出,吸收管管口到 10 mL 刻线距离不应小于 6 cm)。

图 1 砷化氢气体发生与吸收装置

6 取制样

按照 GB/T 2011 规定进行取制样,试样应通过 0.080 mm 筛孔。

7 分析步骤

安全警告:砷化氢气体有毒,氢化发生时应在通风柜中进行;使用前应检查砷化氢气体发生与吸收装置的气体导管各接头处,防止漏气或堵塞。

7.1 试料量

按表 1 称取风干试料,精确至 0.000 1 g。

同时按 GB/T 14949.8 测定湿存水含量。

表 1

砷含量(质量分数)/%	试料量/g	分取溶液/mL
0.005~0.040	0.50	20.00
>0.040~0.10	0.20	20.00
>0.10~0.20	0.20	10.00

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料的分解

将试料(7.1)置于盛有约 2 g 过氧化钠的刚玉坩埚或高铝坩埚中,混匀,覆盖约 2 g 过氧化钠,置于 750℃ 马弗炉中,熔融 7 min~10 min,取出,冷却至室温,放入 250 mL 烧杯中,加入约 30 mL 热水,立即盖上表皿,待剧烈作用停止后[试剂空白加入 1 mL 硫酸铁溶液(4.8)],在不断搅拌下,慢慢加入硫酸(4.5)酸化至沉淀变稠,交替滴加过氧化氢(4.4)及硫酸(4.5)至锰的水化合物完全溶解,用水洗出坩埚,煮沸至无小气泡产生,取下,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.3.2 砷化氢气体发生与吸收

按表 1 分取试液于 150 mL 锥形瓶中,加入 6 mL 硫酸(4.5)、2 mL 氯化铵溶液(4.6)、5 mL 酒石酸溶液(4.7)、4 mL 碘化钾溶液(4.11)和 2.5 mL 氯化亚锡溶液(4.10),加水至 50 mL,混匀,放置 10 min~15 min。加入 10 mL 吸收液(4.13)于吸收管中,按图 1 装好砷化氢气体发生与吸收装置,加入 5 克无砷锌粒(4.2)于锥形瓶中,立即盖紧瓶塞,还原吸收 40 min,取出气体导管,用三氯甲烷(4.3)洗涤导管并稀释至吸收管刻度,加塞混匀。

7.3.3 测量

在分光光度计上,于波长 525 nm 处,以试剂空白吸收液作参比,测量吸收液吸光度,从校准曲线上查出相应的砷量。

7.3.4 校准曲线的绘制

分别移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL 砷标准溶液(4.14.2)于一组 150 mL 锥形瓶中,加入 6 mL 硫酸(4.5)、2.5 mL 硫酸铁溶液(4.8)、2 mL 硫酸锰溶液(4.9)、2 mL 氯化铵溶液(4.6),以下按 7.3.2 从加入 5 mL 酒石酸溶液(4.7)起进行氢化发生与吸收,以空白吸收液作参比,测量吸收液吸光度并绘制校准曲线。

8 结果计算

按式(1)计算试样中砷含量(质量分数) w_{As} :

$$w_{As}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \gamma} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得的砷量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g);

γ ——试液分取比;

A ——试样中湿存水含量(质量分数)。

9 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 允许差

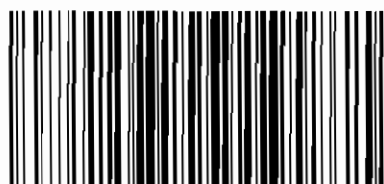
%

砷含量(质量分数)	允许差
0.005~0.010	0.003
>0.010~0.020	0.005
>0.020~0.050	0.007
>0.050~0.10	0.01
>0.10~0.20	0.02

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。



GB/T 1516-2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-27698

定价: 8.00 元