



中华人民共和国国家标准

GB/T 15927—2010
代替 GB/T 15927—1995

砷矿石化学分析方法 砷量测定

Method for chemical analysis of arsenic ores—
Determination of arsenic content

2010-11-10 发布

2011-02-01 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 15927—1995《砷矿石化学分析方法-碱熔分离-碘量法测定砷量》。

本标准与 GB/T 15927—1995 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的中英文名称;
- 增加了警示、警告的内容;
- 增加了对所用试剂纯度及实验用水的要求;
- 增加了对试样粒径及其干燥的要求;
- 增加了验证试验内容。

本标准由中华人民共和国国土资源部提出。

本标准由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本标准起草单位:湖北省地质实验研究所。

本标准主要起草人:赵先球、熊玉祥、唐兴敏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15927—1995。

砷矿石化学分析方法

砷量测定

警示: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

本标准规定了砷矿石中砷量的测定方法。

本标准适用于砷矿石中砷量的测定。

测定范围:0.5%以上的砷。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试料经过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

除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 过氧化钠-碳酸钠混合溶剂(2+1)。

4.2 碳酸氢钠。

4.3 过氧化氢。

4.4 硫酸(1+1)。警告:稀释时操作不当易引起烧伤!

4.5 氨水(1+1)。

4.6 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

4.7 碘化钾溶液(500 g/L)。

4.8 酒石酸钠溶液(200 g/L)。

4.9 硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.01 \text{ mol/L}]$ 。

4.10 饱和碳酸氢钠溶液(120 g/L)。

4.11 碘片。

4.12 砷标准溶液:称取 1.320 2 g 已在 105 °C 烘 2 h 的光谱纯三氧化二砷,置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(4.6)溶解,加 2 滴酚酞溶液(4.15),用硫酸(4.4)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。此溶液砷的质量浓度为 1.0 mg/mL。

4.13 碘标准溶液 $[c(1/2\text{I}_2)=0.01 \text{ mol/L}]$:

a) 配制:称取碘片(4.11)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;

b) 标定:于 500 mL 锥瓶中加入 100 mL 水,再加 3 g 碳酸氢钠(4.2)、5 mL 淀粉溶液(4.14),用碘标准溶液[4.13a)]滴定至浅蓝色,然后加入 10.00 mL 砷标准溶液(4.12),再滴定浅蓝色,即为终点。同时标定三份,按式(1)计算碘标准溶液的因子 f ,取算数平均值(所消耗的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。

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

式中:

f ——碘标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);

m ——砷的质量,单位为克(g);

V ——滴定砷溶液消耗碘溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗碘溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.14 淀粉溶液(5 g/L)。

4.15 酚酞溶液(1 g/L)。

5 试样

5.1 试样粒径应小于 74 μm 。

5.2 试样在 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 2 h~4 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

根据试样中砷的含量,按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量

砷的含量/%	试料量/g	分取溶液/mL
>0.5~2	1.0	25.0
>2~10	0.5	25.0
>10~20	0.2	25.0

6.2 空白试验

随同试料做双份空白试验,所取试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

6.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

6.4 试料分解与测定

6.4.1 将试料(6.1)置于镍坩埚中,加入 4 g~6 g 过氧化钠-碳酸钠混合溶剂(4.1),搅拌均匀,在 650 $^{\circ}\text{C}$ 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(4.3)消除,煮沸除去过氧化氢,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。

6.4.2 移取清液(6.4.1)25.00 mL,放入 500 mL 锥瓶中,用水稀释至 100 mL,加入 1 滴酚酞溶液(4.15),用硫酸(4.4)中和并过量 5 mL,加入 2 mL 碘化钾溶液(4.7),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(4.8)(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(4.14),小心滴加硫代硫酸钠溶液(4.9)至蓝色褪去。

6.4.3 用氨水(4.5)中和酚酞变微红色,滴加硫酸(4.4)至微红色刚消失,再过量 2 滴~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(4.10),用碘标准溶液(4.13)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: 试样溶液中锡含量小于 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,采用王水分解样品,使锡与砷分离或采用其他分析方法。

注 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。预先用萃取分离。

7 结果计算

砷量用质量分数 $w(\text{As})$ 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w(\text{As}) = \frac{(V_1 - V_0)fV_3}{mV_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_1 ——滴定试料溶液消耗的碘溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗的碘溶液的体积,单位为毫升(mL);

f ——碘标准溶液的因子,单位为克每毫升(g/mL);

V_3 ——溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料称取的质量,单位为克(g);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。

8 精密度

砷矿石中砷量测定结果精密度见表 2。

表 2 精密度

水平范围 $m/(\mu\text{g/g})$	重复性限 $r/(\mu\text{g/g})$	再现性限 $R/(\mu\text{g/g})$
0.99~11.51	$r=0.043\ 1+0.009\ 5m$	$R=0.109\ 1m^{0.500\ 1}$

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
砷矿石化学分析方法
砷量测定

GB/T 15927—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-41057

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 15927-2010

