

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
萃取分离-砷钼蓝
光度法测定砷量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.46—86

代替 GB 1383—78

Methods for chemical analysis of iron ores
The extraction separation-molybdenum
blue photometric method for the
determination of arsenic content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中砷量的测定。测定范围：0.01~0.50%。

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

试样经过氧化钠熔融分解，浸取酸化后，分取部分溶液，在4 mol/l硫酸介质中加三氯化钛、碘化钾，用苯萃取三碘化砷，再用水反萃取砷。水相中加硫酸使酸度为0.4 mol/l，加钼酸铵形成砷钼杂多酸络合物，用硫酸肼还原为砷钼蓝，于波长830 nm处，测量其吸光度，借此测定砷。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 硫酸（2+1）。

2.3 硫酸（1+1）。

2.4 氢氧化钠（10%）。

2.5 柠檬酸（50%）。

2.6 三氯化钛（14.5~15.5%）。

2.7 高锰酸钾（0.2%）。

2.8 酚酞（0.1%）：乙醇溶液。

2.9 碘化钾（83%）：称取83g碘化钾，溶于70ml水中，加4滴氢氧化钠（2.4），以水稀释至100ml，混匀，贮于棕色瓶中。

2.10 硫酸铁铵：称取173g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于含有10ml硫酸（2.3）的水中，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1ml含20.00mg铁。

2.11 钼酸铵-硫酸溶液：称取1.75g钼酸铵溶于4 mol/l硫酸中，用相同浓度的硫酸稀释至100ml。

2.12 碘化钾-盐酸溶液：取4ml碘化钾（2.9），加21ml水、75ml盐酸（ $\rho 1.19\text{g/ml}$ ）混匀。用时现配。

2.13 苯。

2.14 乙醇。

2.15 硫酸肼（0.1%）。

2.16 砷标准溶液

2.16.1 称取0.3301g预先在105~110℃烘干2h的三氧化二砷（优级纯），溶于20ml氢氧化钠（20%）

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施

中,加1滴酚酞(2.8),用硫酸(2.3)调至溶液红色退去,移入500ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含500.0 μ g砷。

2.16.2 移取10.00ml砷标准溶液(2.16.1),置于500ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1ml含10.0 μ g砷。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100 μ m,如试样中结合水或易氧化物质含量高时,其粒度应小于160 μ m。

3.2 预干燥不影响试样组成者,应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样,在同一试验室,应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

按下表称取试样。

表 1

砷量, %	称样量, g
0.01 ~ 0.10	0.5000
0.10 ~ 0.30	0.2000
0.30 ~ 0.50	0.1000

4.3 空白试验

随同试样做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型(指分析步骤相一致)的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

称取试样(4.2)置于25ml刚玉坩埚中,加3g过氧化钠(2.1),混匀,再覆盖1g过氧化钠,在700℃左右熔融5~10min,取出摇动坩埚,冷却,放入250ml烧杯中(如烧杯含砷改用聚四氟乙烯烧杯或瓷蒸发器)。从杯嘴注入少量温水浸取熔融物,待剧烈作用停止后[随同试样空白加0.5ml硫酸铁铵溶液(2.10)],在不断搅拌下沿杯壁逐滴加入硫酸(2.3)至氢氧化物溶解。用水洗出坩埚,冷至室温,移入100ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.2 萃取

4.5.2.1 取上述溶液20.00ml置于已盛有13ml硫酸(2.2)的125ml分液漏斗中,混匀。冷至室温,加1ml柠檬酸(2.5)。

4.5.2.2 在摇动下逐滴加入三氯化钛(2.6)至呈褐色,再过加0.5ml,加3ml碘化钾(2.9),混匀。加水至体积约40ml,加10ml苯(2.13),振荡1min,分层后弃去水相[如萃取时产生大量胶状物影响分层,则应重做;试样熔融浸取后应加15ml乙醇(2.14),然后移入100ml容量瓶中,在萃取时三氯化钛由过量0.5ml增至1ml,碘化钾由3ml增至4ml]。再加入5ml碘化钾-盐酸溶液(2.12),振荡1min分层后弃去水相(注意将水相放尽)。于分液漏斗中加10ml水反萃取,振荡1min,分层后,

将水相放入50ml容量瓶中。分液漏斗中再加5ml水，振荡30s。分层后，将水相放入同一容量瓶中。

4.5.3 显色、测量

4.5.3.1 于容量瓶中加入1滴酚酞(2.8)，以氢氧化钠(2.4)中和至红色出现后，滴加硫酸(2.3)至红色消失，以水稀释至约40ml，加0.5ml高锰酸钾(2.7)，混匀。加5ml钼酸铵-硫酸溶液(2.11)，混匀，加3ml硫酸胍(2.15)，用水稀释至刻度，混匀。置于沸水浴中加热10min，取出以流水冷却至室温。将部分溶液移入2或3cm比色皿中。

4.5.3.2 以随同试样的空白为参比，于分光光度计，波长830nm处，测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.00, 1.00, 2.50, 5.00, 7.50, 10.00, 12.50, 15.00ml或0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00ml砷标准溶液(2.16.2)，分别置于8个125ml分液漏斗中，加水至体积约为20ml，然后各加13ml硫酸(2.2)，混匀。冷却至室温后，加4ml硫酸铁铵(2.10)、1ml柠檬酸(2.5)，以下按4.5.2.2～4.5.3.1进行。以试剂空白为参比，于分光光度计，波长830nm处，测量其吸光度，以砷量为横坐标，吸光度为纵坐标，分别绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按下式计算砷的百分含量：

$$\text{As}(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \times K$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的砷量， μg ；

m ——试样量，g；

V ——试液总体积，ml；

V_1 ——分取试液体积，ml；

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数（如使用预干燥试样，则 $K = 1$ ）， A 是按GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收：

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表2所列的允许差时，则试样分析值有效，否则无效，应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差，不大于表2所列允许差时，则可予以平均，计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时，则应按附录A的规定。进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算：

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位，并按数字修约规则的规定修约至小数第三位。

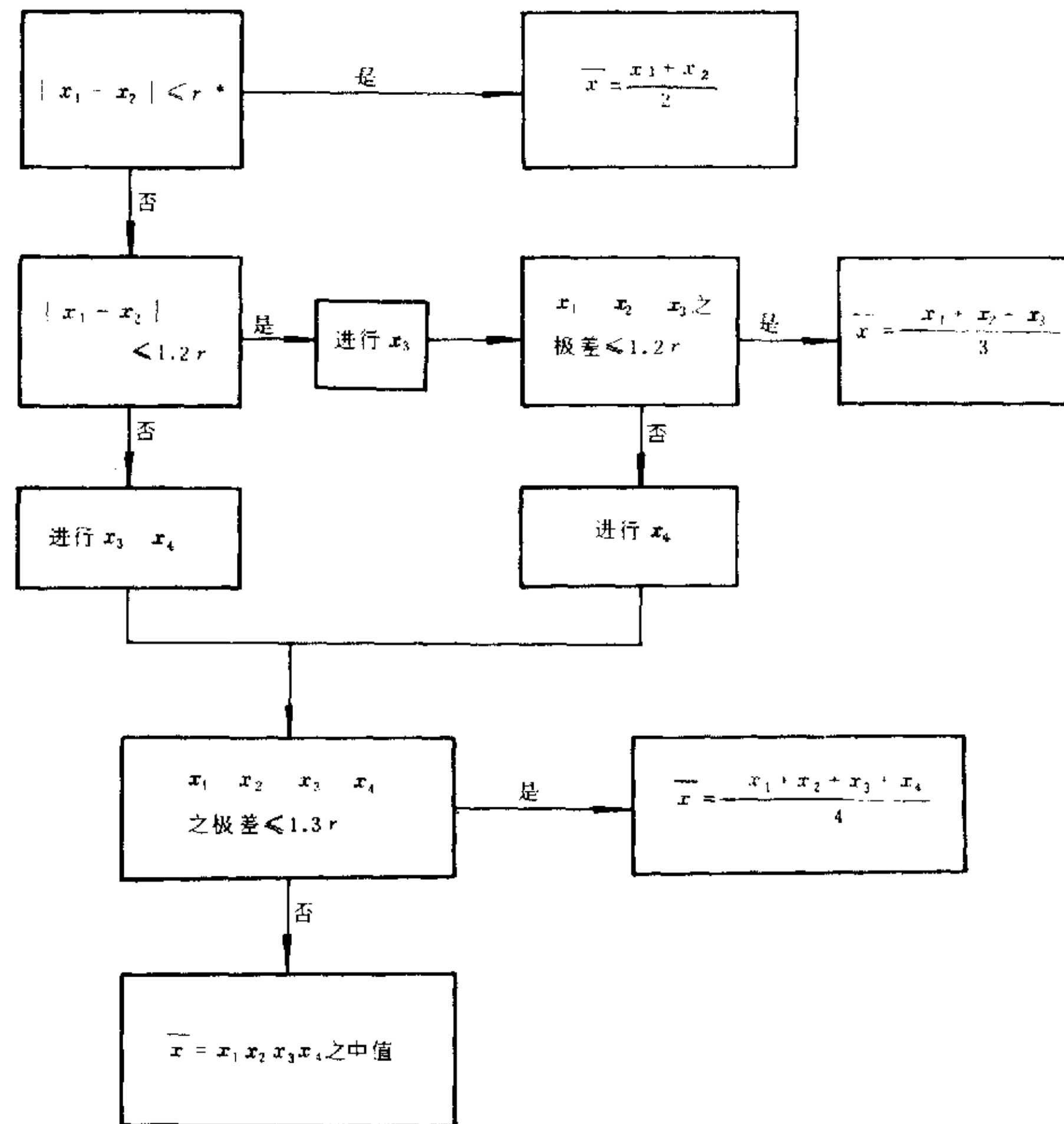
6 允许差

表 2

%

砷 量	标样允许差	试样允许差
0.010 ~ 0.050	± 0.003	0.004
$>0.050 \sim 0.100$	± 0.006	0.008
$>0.100 \sim 0.200$	± 0.008	0.010
$>0.200 \sim 0.500$	± 0.015	0.020

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由湖南省湘潭钢铁厂钢研所起草。

本标准主要起草人石景文。

* r 即表 2 中所列允许差。