

中华人民共和国国家标准

砷化学分析方法

溴酸钾容量法测定砷量

UDC 669.778 : 543
.24 : 546.19

GB 4373.1—84

Methods for chemical analysis of arsenic
The potassium bromate volumetric method
for the determination of arsenic content

本标准适用于砷中砷量的测定。测定范围：98.00～99.80%。

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

试样用浓硫酸加热溶解，加水煮沸后，以甲基橙为指示剂，用溴酸钾标准溶液滴定至溶液呈无色为终点。由消耗的溴酸钾标准溶液体积计算出砷量，在扣除相当于试样中铋量的砷量后得净砷量。

2 试剂

2.1 硫酸（比重1.84）。

2.2 硝酸（1+4）。

2.3 尿素溶液（10%）。

2.4 甲基橙溶液（1%）。过滤后使用。

2.5 溴酸钾标准溶液：称取3.033g 溴酸钾与3.0g 溴化钾，置于烧杯中，用少量水溶解后移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，放置二天后标定。

标定：称取约0.53g（精确至0.0001g）三氧化二砷（99.99%）三份，分别置于三个400ml烧杯中。盖上表皿，加入20ml硫酸（2.1），在电炉上加热溶解后，继续加热10min，冷却，用少量水冲洗表皿及杯壁，加入100ml水，在电炉上加热至沸。移于电磁搅拌器上，移开表皿，在不断搅拌下加入5ml硝酸（2.2）、5ml尿素溶液（2.3），自100ml滴定管中滴入95ml溴酸钾标准溶液（2.5），加入2～3滴甲基橙溶液（2.4），再逐滴滴定至溶液颜色消失为终点。

按式（1）计算溴酸钾标准溶液对砷的滴定度，取其平均值：

$$T = \frac{m}{V} \times 0.7574 \dots \dots \dots (1)$$

式中：T——1ml溴酸钾标准溶液相当于砷的量，g；

m——称取三氧化二砷的质量，g；

V——标定时消耗溴酸钾标准溶液体积，ml；

0.7574——三氧化二砷换算为砷的换算因数。

若三份滴定度的极差值大于 6×10^{-6} g时应重新标定。

3 试样

3.1 砷试样须经80目筛网筛分，筛上直径应不大于2mm。

3.2 试样加工后保存在干燥器中，当天称取进行分析，并按筛上与筛下比为3:1称取试样。

4 分析步骤

4.1 测定数量

称取两份试样进行测定, 取其平均值。

4.2 试样量

称取约0.4g试样, 精确至0.0001g。

4.3 测定

将试样(4.2)置于400ml烧杯中, 加入20ml硫酸(2.1), 盖以表皿, 在电炉上加热溶解后继续加热10min, 冷却。用少量水洗表皿及杯壁, 加100ml水, 在电炉上加热至沸。移置电磁搅拌器上, 移开表皿, 在不断搅拌下加入5ml硝酸(2.2)、5ml尿素溶液(2.3), 自100ml滴定管中滴入95ml溴酸钾标准溶液, 加入2~3滴甲基橙溶液(2.4), 逐滴滴定至溶液颜色消失为终点。

5 分析结果的计算

按式(2)计算砷的百分含量:

$$As(\%) = \frac{T \cdot V}{m_0} \times 100 - Sb(\%) \times 0.6154 \dots\dots\dots (2)$$

式中: T —— 1ml 溴酸钾标准溶液相当于砷的量, g;

V —— 滴定试液时所消耗的溴酸钾标准溶液体积, ml;

$Sb\%$ —— 试样中锑的百分含量;

m_0 —— 试样量, g;

0.6154 —— 锑换算为砷的换算因数。

分析结果表示到小数点后二位。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

砷 量	允 许 差	%
98.00 ~ 99.80	0.30	

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由湖南水口山矿务局负责起草。

本标准由湖南水口山矿务局研究所起草。

本标准主要起草人孙孝惠、刘彬彬。