

中华人民共和国国家标准

砷化学分析方法

孔雀绿光度法测定锑量

UDC 669.778:543
.42:546.86

GB 4373.2-84

Methods for chemical analysis of arsenic
The malachite green photometric method
for the determination of antimony content

本标准适用于砷中锑量的测定。测定范围：0.010~0.450%。

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

试样用硫酸加热溶解后蒸干，用盐酸溶解，于分液漏斗中，用氯化亚锡还原，亚硝酸钠将锑氧化至五价，在约1.5 N盐酸介质中，加入孔雀绿显色，以苯萃取，于分光光度计波长625nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硫酸（比重1.84）。

2.2 盐酸（2+1）。

2.3 亚硝酸钠溶液（10%）。

2.4 尿素溶液（50%）。

2.5 氯化亚锡溶液：称取10g氯化亚锡，置于250ml烧杯中，加入67ml盐酸（比重1.19）使其溶解，用水稀释至100ml，混匀。

2.6 孔雀绿溶液（0.1%）：称取0.10g孔雀绿，置于150ml烧杯中，加入50ml乙醇、50ml水使其溶解，过滤于棕色瓶中，混匀。

2.7 锑标准贮存溶液：称取0.5000g纯锑（99.9%以上），置于250ml烧杯中，加入10ml硫酸（2.1），盖上表面皿，在电炉上加热溶解，继续加热冒硫酸烟并蒸发至溶液体积约为2ml，取下冷至室温，加少量盐酸（2.2）溶解盐类并移入1000ml容量瓶中，用盐酸（2.2）洗表面皿及烧杯数次，并入容量瓶中，用盐酸（2.2）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.50mg锑。

2.8 锑标准溶液：移取4.00ml锑标准贮存溶液（2.7），置于500ml容量瓶中，用盐酸（2.2）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.004mg锑。

2.9 苯。

2.10 无水乙醇。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

4.1 砷试样须经80目筛网筛分，筛上直径应不大于2mm。

4.2 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。

国家标准局1984·04·30发布

1985·04·01实施

GB 4373.2-84

5 分析步骤

5.1 测定数量

称取两份试样进行测定, 取其平均值。

5.2 试样量

按表 1 称取试样

表 1

铈 量, %	试 样 重, g	移 取 溶 液 量, ml
0.01 ~ 0.08	0.3000	7.00
>0.08 ~ 0.20	0.2000	4.00
>0.20 ~ 0.45	0.1000	4.00

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样 (5.2) 置于100ml烧杯中, 加入5ml硫酸(2.1), 盖上表皿, 加热溶解试样, 继续加热蒸发至近干, 取下冷却。加入20~30ml盐酸(2.2)溶解盐类, 移入100ml容量瓶中, 用盐酸(2.2)洗涤烧杯并入容量瓶中, 用盐酸(2.2)稀释至刻度, 混匀。

5.4.2 按表 1 移取溶液置于150ml分液漏斗中 [移取4.00ml溶液时需补加3.00ml盐酸(2.2)], 滴加氯化亚锡溶液(2.5)至溶液黄色褪去并过量 2 滴, 放置 5 min。

5.4.3 加入 2 ml 亚硝酸钠溶液(2.3), 混匀, 放置10~15min。加入 2 ml 尿素溶液(2.4)并摇动使大量气泡赶走, 加入25ml水, 加入1.00ml孔雀绿溶液(2.6), 混匀。立即加入10.0ml苯(2.9), 振荡30s, 静置分层后, 弃去水相。将有机相移入25ml干燥的比色管中。

5.4.4 加入5滴无水乙醇(2.10), 将部分溶液移入1cm比色皿中。

5.4.5 以随同试样的空白为参比, 于分光光度计波长625nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铈量。

5.5 工作曲线的绘制

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00ml铈标准溶液(2.8), 分别置于一组150ml分液漏斗中, 加入盐酸(2.2)至溶液体积为7ml, 加入2滴氯化亚锡溶液(2.5), 放置5min, 以下按5.4.3~5.4.4款进行。以试剂空白为参比, 测量其吸光度。以铈量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算铈的百分含量:

$$Sb(\%) = \frac{m_1 \times 10}{m_0 \cdot V}$$

式中: m_1 —— 自工作曲线上查得的铈量, mg;

m_0 —— 试样量, g;

V —— 移取部分溶液的体积, ml。

分析结果表示到小数点后三位。

GB 4373.2—84

7 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

%

梯 量	允 许 差
0.010 ~ 0.040	0.004
0.040 ~ 0.080	0.010
0.080 ~ 0.200	0.020
0.200 ~ 0.450	0.045

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。

本标准主要起草人凌宗干、刘彬彬。