

粗铅化学分析方法
砷锑钼蓝光度法测定砷量

UDC 669.4.015.3
:543.42:546
.19
GB 5119.5—85

Methods for chemical analysis of crude lead
The molybdoantimonyarsenate blue photometric
method for the determination of arsenic content

本标准适用于粗铅中砷量的测定。测定范围：0.1~0.6%。

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

试样用硝酸溶解，加硫酸分离主体铅。在0.4N硫酸介质中，加高锰酸钾溶液将砷氧化成五价，加钼酸铵和抗坏血酸及酒石酸锑钾生成砷锑钼蓝三元络合物，于分光光度计波长720nm处测量其吸光度。

在测定试液中，铜、锑各1mg及粗铅中其他杂质均不干扰测定。

2 试剂

- 2.1 硫酸（比重1.84）。
- 2.2 硫酸（1+1）。
- 2.3 硫酸（5N）。
- 2.4 硝酸（1+3）。
- 2.5 氢氧化钠溶液（4%）。贮存于塑料瓶中。
- 2.6 钼酸铵溶液（1.5%）。
- 2.7 酒石酸锑钾溶液（0.045%）。
- 2.8 高锰酸钾溶液（2%）。
- 2.9 抗坏血酸溶液（1.5%）。用时现配。

2.10 砷标准贮存溶液：称取0.6622g三氧化二砷（基准试剂），置于250ml烧杯中，加入20ml氢氧化钠溶液（2.5），溶解至清亮，用硫酸（2.2）中和至中性，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1mg砷。

2.11 砷标准溶液：移取10.00ml砷标准贮存溶液（2.10），置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含20μg砷。

3 分析步骤

3.1 测定数量

称取二份试样进行测定，取其平均值。

3.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

砷 量, %	试 样 量, g
0.1~0.3	2.0000
>0.3~0.6	1.0000

3.3 空白试验

随同试样做空白。

3.4 测定

3.4.1 将试样 (3.2) 置于250ml烧杯中, 加入25ml硝酸 (2.4), 置于低温电炉上, 加热至试样溶解完全, 并蒸至5~10ml。取下, 稍冷, 用水吹洗表皿及杯壁, 加30ml硫酸 (2.1), 蒸至冒浓烟, 取下, 冷却, 用水吹洗表皿及杯壁至约50~70ml, 边吹边摇, 煮沸, 冷却, 移入500ml容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。

3.4.2 移取5.00ml试液, 置于25ml比色管中, 加水至15ml。

3.4.3 加入1~2滴高锰酸钾溶液 (2.8), 混匀, 使溶液呈淡红色。

3.4.4 加入2.0ml钼酸铵溶液 (2.6)、2.0ml抗坏血酸溶液 (2.9)、2.0ml酒石酸锑钾溶液 (2.7) (每加一种试剂均需混匀)。用水稀释至刻度, 混匀。在常温下放置20min。

3.4.5 将部分溶液移入1cm比色皿中, 以随同试样的空白为参比, 于分光光度计波长720nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

3.5 工作曲线的绘制

移取0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml砷标准溶液 (2.11), 置于一组25ml比色管中, 用水稀释至15ml。加2.00ml硫酸 (2.3), 混匀。以下按3.4.3~3.4.4款进行。将部分溶液移入1cm比色皿中, 以试剂空白为参比, 于分光光度计波长720nm处测量其吸光度。以砷量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4 分析结果的计算

按下式计算砷的百分含量:

$$As (\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的砷量, g;

V ——试液总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

m ——试样量, g。

5 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

砷 量	允 许 差
0.10~0.20	0.02
>0.20~0.30	0.03
>0.30~0.60	0.06

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由湖南冶金研究所负责起草。

本标准由湖南冶金研究所起草。

本标准主要起草人罗碧芳。