

中华人民共和国国家标准

黄铜化学分析方法  
二乙基二硫代氨基甲酸银光  
度法测定砷量

UDC 669.35'5:543.42  
:546.19

GB 5122.14—85

Methods for chemical analysis of brass  
The diethyldithiocarbamate photometric method  
for the determination of arsenic content

本标准适用于黄铜中砷量的测定。测定范围：0.002~0.10%。

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

砷含量大于0.02%的试样，用氯酸钾-盐酸溶解，在约3.8N硫酸介质中，加入碘化钾和氯化亚锡消除其他元素的干扰，并将砷酸还原为亚砷酸，再用无砷锌粒将亚砷酸还原成砷化氢。逸出的砷化氢气体用二乙基二硫代氨基甲酸银的三乙醇胺-三氯甲烷溶液吸收，生成棕色的胶态银，于分光光度计波长530nm处测量其吸光度。试样中砷含量小于0.02%时，试样用硝酸溶解，用氢氧化铁夹带分离一次。

2 试剂与材料

2.1 无砷锌粒（每克约三粒）。

2.2 氯酸钾。

2.3 硝酸（3+2）。

2.4 硝酸（1+1）。

2.5 硫酸（1+1）。

2.6 硫酸（1+6）。

2.7 盐酸（比重1.19）。

2.8 氢氧化铵（比重0.90）。

2.9 氯化亚锡溶液（20%），称取20g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶解于20ml盐酸（1+1）中，用水稀释至100ml，混匀。用时现配。

2.10 碘化钾溶液（20%），用时现配。

2.11 硫酸铁溶液：称取9g硫酸铁（ $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ），加入少量水，2ml硫酸（1+2），搅拌至溶解后，用水稀释至500ml，混匀，此溶液1ml约含5mg铁。

2.12 三氯甲烷。

2.13 二乙基二硫代氨基甲酸银（Ag-DDTC）三氯甲烷溶液（0.3%）：称取0.9g Ag-DDTC置于500ml烧杯中，加入290ml三氯甲烷（2.12）及10ml三乙醇胺，搅拌使其溶解，用致密滤纸过滤，贮存于棕色瓶中。

2.14 砷标准贮存溶液：称取0.1321g预先在100~105℃烘2h并于干燥器中冷却至室温的三氧化二砷（基准试剂）置于100ml烧杯中，加入5ml3%氢氧化钠溶液，低温加热溶解，加入20ml硫酸

(1 + 50)，冷却后，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100 μg 砷。

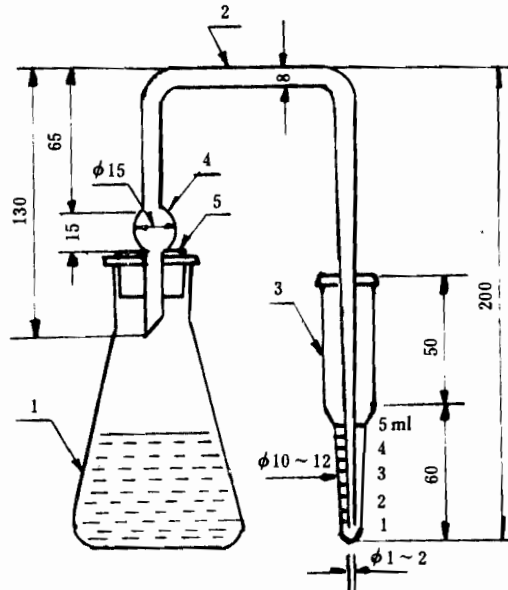
2.15 砷标准溶液：移取25.00 ml砷标准贮存溶液，置于500 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5 μg 砷。

2.16 乙酸铅脱脂棉：称取10g乙酸铅  $[Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O]$  溶解于100 ml 0.5%冰乙酸中，将20g脱脂棉浸入其中2 h，取出挤干，自然风干后使用。

### 3 仪器

3.1 分光光度计。

3.2 砷化氢发生器及吸收管（见下图）。



砷化氢发生器及吸收管

1—砷化氢发生瓶100 ml；2—导管（前端口径应尽量加工成同一规格）；3—砷化氢吸收管；4—充填乙酸铅脱脂棉；5—橡皮塞

### 4 分析步骤

#### 4.1 试样量

按表1称取试样。

表 1

分 类	砷量，%	试样量，g	试液总体积，ml	分取试液体积，ml
含砷 < 0.02 %	0.002 ~ 0.004	0.5000		全 量
	> 0.004 ~ 0.0065	0.3000		全 量
	> 0.0065 ~ 0.010	0.2000		全 量
	> 0.010 ~ 0.020	0.5000	50	10
含砷 > 0.02 %	> 0.020 ~ 0.04	0.2500	50	10
	> 0.04 ~ 0.065	0.2500	100	10
	> 0.065 ~ 0.10	0.2000	100	10

## 4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

## 4.3 测定

### 4.3.1 砷量大于0.02%的测定

4.3.1.1 将试样(4.1)置于150ml烧杯中,加入2~3g氯酸钾(2.2)和10ml盐酸(2.7),盖上市皿,低温加热使试样溶解,冷却,按表1移入相应的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.1.2 按表1分取试液于砷化氢发生瓶中,加入10ml硫酸(2.5),用水稀释体积40ml。

4.3.1.3 加入2ml碘化钾溶液(2.10)、4ml氯化亚锡溶液(2.9),混匀。在室温下放置15min。

4.3.1.4 加入8g无砷锌粒(2.1)立即塞上预先在导管球形部分装有0.4g乙酸铅脱脂棉的导管塞子,并将导管末端插入盛有7mlAg-DDTC溶液(2.13)的吸收管中,在室温下放置40min。

4.3.1.5 取出导管,用三氯甲烷(2.12)将吸收液稀释至10ml,混匀。

4.3.1.6 移取部分溶液于2cm比色皿中,以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长530nm处测量其吸光度。从工作曲线(A)上查出相应的砷量。

### 4.3.2 砷量小于或等于0.02%的测定

4.3.2.1 将试样(4.1)置于300ml烧杯中,加入15ml硝酸(2.3),待剧烈作用停止后,加热使试样完全溶解,赶尽氮的氧化物,取下,用水洗涤表皿及杯壁,按表1分取试液后,用沸水将体积稀释至约150ml。

4.3.2.2 加入3ml硫酸铁溶液(2.11),在不断搅拌下滴加氢氧化铵(2.8)至生成的氢氧化铜沉淀又全部溶解,在沸水浴上保温5~10min,用慢速滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及沉淀4或5次。

4.3.2.3 将漏斗连同沉淀置于砷化氢发生瓶上,用加有1ml盐酸(2.7)的35ml热硫酸(2.6)分四次将沉淀完全溶解,加水稀释溶液体积为40ml。以下按4.3.1.3~4.3.1.6进行。但从工作曲线(B)上查出相应的砷量。

## 4.4 工作曲线的绘制

### 4.4.1 工作曲线(A)

移取0、1.00、2.00、3.00、4.00ml砷标准溶液(2.15),分别置于一组砷化氢发生瓶中,各加入10ml硫酸(2.5),用水稀释至体积40ml,以下按4.3.1.3~4.3.1.6进行。但以试剂空白为参比,以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

### 4.4.2 工作曲线(B)

移取0、1.00、2.00、3.00、4.00ml砷标准溶液(2.15)分别置于一组300ml烧杯中,各加入1ml硝酸(2.4),用沸水稀释体积至约150ml,以下按4.3.2.2~4.3.2.3进行。但以试剂空白为参比,以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 5 分析结果的计算

按下式计算砷的百分含量:

$$As(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——自工作曲线上查得的砷量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_0$ ——试液总体积, ml;

$V_1$ ——分取试液体积, ml;

$m_0$ ——试样量, g。

## 6 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
0.002 ~0.005	0.0008
>0.005 ~0.01	0.0015
>0.01 ~0.03	0.004
>0.03 ~0.05	0.006
>0.05 ~0.10	0.01

**附加说明:**

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北铜加工厂负责起草。

本标准由成都电冶厂起草。

本标准主要起草人邓阳修。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 54—76《黄铜化学分析方法》作废。