

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
二乙基二硫代氨基甲酸银
光度法测定砷量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.45—86

代替 GB 1383—78

Methods for chemical analysis of iron ores
The diethyldithiocarbamic acid, Ag salt
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，水浸取。在硫酸介质中，借氯化亚锡和碘化钾将砷酸还原成亚砷酸，再用金属锌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盐（简称Ag-DDTC）的三乙醇胺-三氯甲烷溶液吸收，生成棕红色的胶态银，于波长530nm处，测量其吸光度，借此测定砷量。

显色液中存在铁100mg、铈0.4mg、铜1.6mg、钴1.0mg、镍1.0mg、铅2.0mg、铬0.2mg、六价铬1.0mg、钼2.5mg、钨1.0mg、铋1.0mg、五价钒1.0mg、汞1.0mg、银1.0mg、硒0.02mg、碲1.0mg、稀土5.0mg、三价钛20.0mg、钽15.0mg、磷50.0mg、钨130.0mg，对测定无影响。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 锌粒：粒度直径为1~3mm，含砷量不大于0.00001%。

2.3 硫酸（1+1）。

2.4 硫酸（3+2）。

2.5 三氯甲烷。

2.6 酒石酸（50%）。

2.7 硫酸铁铵：称取173g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，置于含有10ml硫酸（1+1）的水中溶解，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含20mg铁。

2.8 碘化钾（30%）：将30g碘化钾溶于水，滴加4滴氢氧化钠（10%）（加氢氧化钠是为了防止空气氧化碘离子而析出碘），用水稀释至100ml，混匀，移入棕色瓶中。

2.9 氯化亚锡溶液（20%）：将20g氯化亚锡溶于25ml盐酸（ ρ 1.19g/ml）中，加热至清亮，冷却至室温后，用水稀释至100ml，混匀，加1g锡粒，贮于棕色瓶中。两周内有效。

2.10 乙酸铅脱脂棉：将脱脂棉浸入乙酸铅（10%）-乙酸（0.5%）溶液中，取出挤干，自然风干后使用。

2.11 砷化氢吸收液：称取2.0g二乙基二硫代氨基甲酸银盐，置于预先烘干并盛有485ml三氯甲烷与15ml三乙醇胺的棕色瓶中，加塞摇动使之溶解，放置过夜后使用（二乙基二硫代氨基甲酸银盐在三

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施

氯甲烷中溶解较慢，如遇浑浊或仍有未溶解的二乙基二硫代氨基甲酸银盐，使用时应过滤除去。此吸收液可保存两周。

2.12 二乙基二硫代氨基甲酸银〔也可在试验室中制备：将硝酸银（1.7%）在不断搅拌下慢慢注入等体积的二乙基二硫代氨基甲酸钠（2.2%）中，生成黄色沉淀。用水倾洗沉淀3次，减压过滤，用水洗沉淀3次。将沉淀在85~90℃烘干（烘烤过程中，沉淀体积收缩，析出大量水，应及时将水倾去），干燥后在玛瑙研钵中研细，贮于棕色瓶中，可保存六个月〕。

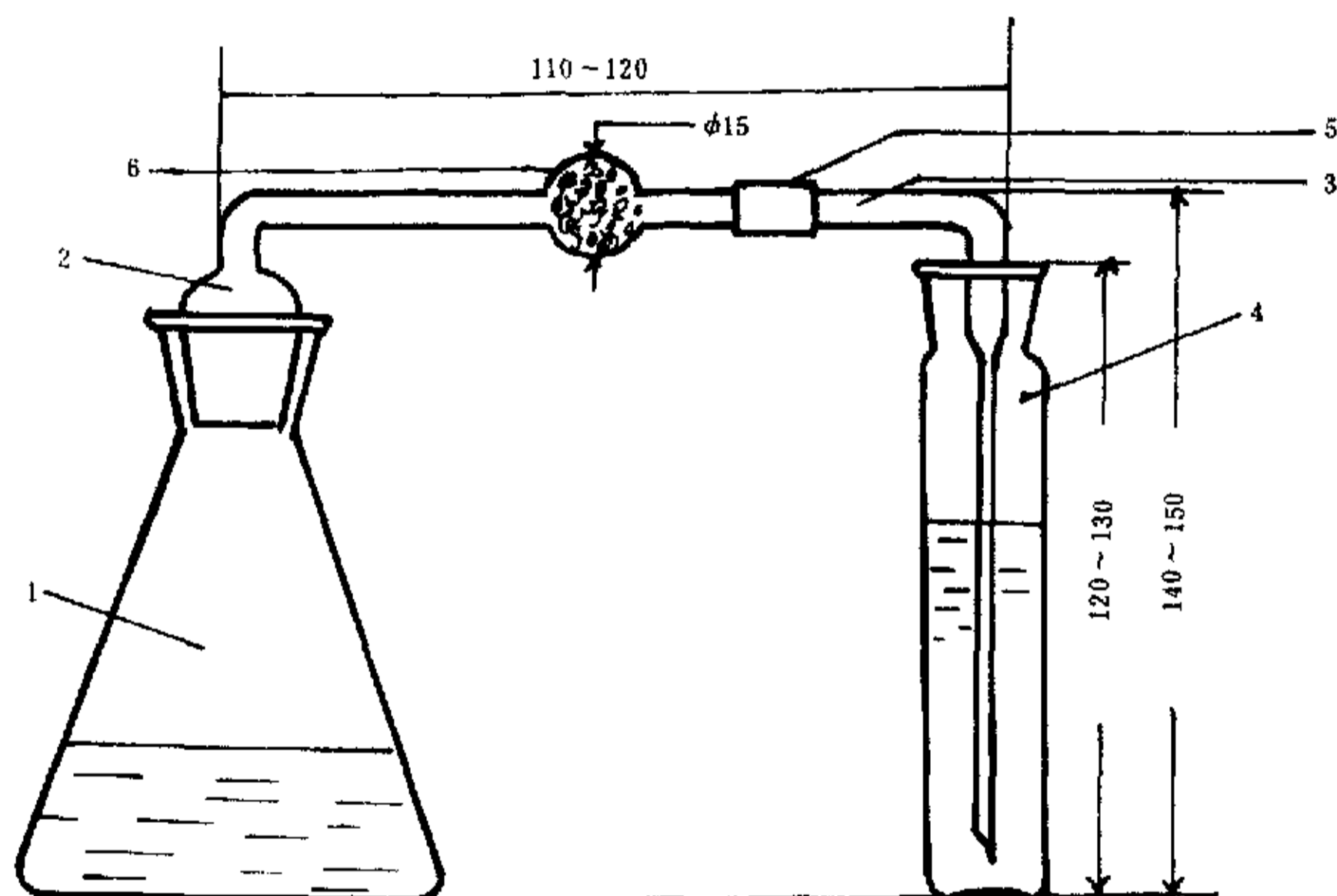
2.13 砷标准溶液

2.13.1 称取0.1320g预先在105~110℃烘干2h的三氧化二砷（优级纯），置于100ml烧杯中，加10ml氢氧化钠溶液（10%），微热溶解后，加入40ml水与1滴酚酞（0.1%），用硫酸（1+1）中和至酚酞红色退去并过量2滴，冷至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100.0μg砷。

2.13.2 移取50.00ml砷标准溶液（2.13.1），置于1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5.0μg砷。

3 仪器

3.1 砷化氢气体的发生及吸收装置（如图）



1—砷化氢气体发生瓶（125ml锥形瓶），2—连接气体导管的磨口塞；
3—气体导管，气体出口处内径为0.5mm；4—砷化氢气体吸收管（10ml
具塞比色管）；5—乳胶管；6—乙酸铅脱脂棉（如变黑应及时更换）

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于100μm，如试样中结合水或易氧化物含量高时，其粒度应小于160μm。

4.2 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。