



YS/T519.3-2006

中华人民共和国国家标准

砷化学分析方法

硫酸钡重量法测定硫量

UDC 669.778:543
.21:546.22

GB 4373.3-84

Methods for chemical analysis of arsenic
The barium sulphate gravimetric method
for the determination of sulphur content

调整为: YS/T 519.3-2006

本标准适用于砷中硫量的测定。测定范围: 0.10~0.50%。

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

试样以硝酸-氯酸钾溶解, 加盐酸蒸干, 在约 0.2N 盐酸酸度下加入氯化钡溶液使其生成硫酸钡沉淀, 过滤、灼烧、称量硫酸钡质量。

2 试剂

- 2.1 氯酸钾。
- 2.2 盐酸 (比重 1.19)。
- 2.3 硝酸-氯酸钾饱和溶液: 将氯酸钾加入硝酸 (比重 1.42) 中, 搅拌使之溶解直至加入的氯酸钾不再溶解为止。
- 2.4 氯化钡溶液 (10%)。过滤后使用。
- 2.5 硝酸银溶液 (1.0%)。

3 试样

- 3.1 砷试样须经 80 目筛网筛分, 筛上直径应不大于 2 mm。
- 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 1.600 g 试样。
- 4.3 空白试验
随同试样做空白试验。
- 4.4 测定
4.4.1 将试样 (4.2) 置于 400 ml 烧杯中, 以少量水润湿, 在不断摇动下缓慢加入 25 ml 硝酸-氯酸钾饱和溶液 (2.3) (切忌此时不能加热, 以防爆炸), 必要时酌情补加 2~3 g 氯酸钾 (2.1), 待激烈反应停止后移于电炉上加热溶解并蒸干。取下稍冷, 加入 10 ml 盐酸 (2.2), 用水洗杯壁及表皿, 低温蒸干。取下, 加入 10 ml 盐酸 (2.2), 再低温蒸干, 取下, 加入 3 ml 盐酸 (2.2), 及 50 ml 水, 加热溶解盐类, 用中速滤纸过滤, 热水洗涤烧杯与沉淀共 12 次, 滤液用水稀释至 200 ml。

国家标准局 1984-04-30 发布

1985-04-01 实施