

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
萃取分离-砷钼蓝
光度法测定砷量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.46—86

代替 GB 1383—78

Methods for chemical analysis of iron ores
The extraction separation-molybdenum
blue 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分解，浸取酸化后，分取部分溶液，在4 mol/l硫酸介质中加三氯化钛、碘化钾，用苯萃取三碘化砷，再用水反萃取砷。水相中加硫酸使酸度为0.4 mol/l，加钼酸铵形成砷钼杂多酸络合物，用硫酸肼还原为砷钼蓝，于波长830 nm处，测量其吸光度，借此测定砷。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 硫酸（2+1）。

2.3 硫酸（1+1）。

2.4 氢氧化钠（10%）。

2.5 柠檬酸（50%）。

2.6 三氯化钛（14.5~15.5%）。

2.7 高锰酸钾（0.2%）。

2.8 酚酞（0.1%）：乙醇溶液。

2.9 碘化钾（83%）：称取83g碘化钾，溶于70ml水中，加4滴氢氧化钠（2.4），以水稀释至100ml，混匀，贮于棕色瓶中。

2.10 硫酸铁铵：称取173g硫酸铁铵〔 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 〕，溶于含有10ml硫酸（2.3）的水中，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液1ml含20.00mg铁。

2.11 钼酸铵-硫酸溶液：称取1.75g钼酸铵溶于4 mol/l硫酸中，用相同浓度的硫酸稀释至100ml。

2.12 碘化钾-盐酸溶液：取4ml碘化钾（2.9），加21ml水、75ml盐酸（ $\rho 1.19\text{g/ml}$ ）混匀。用时现配。

2.13 苯。

2.14 乙醇。

2.15 硫酸肼（0.1%）。

2.16 砷标准溶液

2.16.1 称取0.3301g预先在105~110℃烘干2h的三氧化二砷（优级纯），溶于20ml氢氧化钠（20%）

中，加1滴酚酞(2.8)，用硫酸(2.3)调至溶液红色退去，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含500.0 μ g砷。

2.16.2 移取10.00ml砷标准溶液(2.16.1)，置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10.0 μ g砷。

3 试样

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

3.2 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。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

按下表称取试样。

表 1

砷量, %	称样量, g
0.01 ~ 0.10	0.5000
0.10 ~ 0.30	0.2000
0.30 ~ 0.50	0.1000

4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

称取试样(4.2)置于25ml刚玉坩埚中，加3g过氧化钠(2.1)，混匀，再覆盖1g过氧化钠，在700℃左右熔融5~10min，取出摇动坩埚，冷却，放入250ml烧杯中（如烧杯含砷改用聚四氟乙烯烧杯或瓷蒸发器）。从杯嘴注入少量温水浸取熔融物，待剧烈作用停止后〔随同试样空白加0.5ml硫酸铁铵溶液(2.10)〕，在不断搅拌下沿杯壁逐滴加入硫酸(2.3)至氢氧化物溶解。用水洗出坩埚，冷至室温，移入100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.2 萃取

4.5.2.1 取上述溶液20.00ml置于已盛有13ml硫酸(2.2)的125ml分液漏斗中，混匀。冷至室温，加1ml柠檬酸(2.5)。

4.5.2.2 在摇动下逐滴加入三氯化钛(2.6)至呈褐色，再过加0.5ml，加3ml碘化钾(2.9)，混匀。加水至体积约40ml，加10ml苯(2.13)，振荡1min，分层后弃去水相〔如萃取时产生大量胶状物影响分层，则应重做；试样熔融浸取后应加15ml乙醇(2.14)，然后移入100ml容量瓶中，在萃取时三氯化钛由过量0.5ml增至1ml，碘化钾由3ml增至4ml〕。再加入5ml碘化钾-盐酸溶液(2.12)，振荡1min分层后弃去水相（注意将水相放尽）。于分液漏斗中加10ml水反萃取，振荡1min，分层后，