



中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.7—2012
代替 GB/T 8151.7—2000

GB/T 8151.7—2012

锌精矿化学分析方法 第7部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和 溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—
Part 7: Determination of arsenic content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry and the
potassium bromate titrimetric method

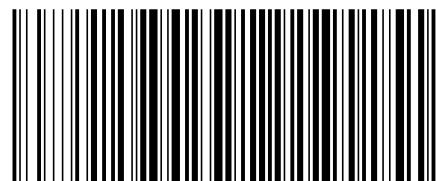
中华人民共和国
国家标准
锌精矿化学分析方法
第7部分：砷量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法和
溴酸钾滴定法
GB/T 8151.7—2012

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47145 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 8151.7—2012

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 4 试料质量

砷质量分数/%	试料质量/g
0.10~1.00	0.50
> 1.00~2.00	0.20

3.5.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 测定

3.5.4.1 将试料(3.5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL~15 mL 硝酸(3.2.2),低温加热 5 min,稍冷,分次加入 0.5 g~2 g 氯酸钾至试料完全溶解。取下,稍冷后用水洗表皿及杯壁,加入 5 mL 硫酸(3.2.4),加热至冒浓烟,取下,稍冷。

3.5.4.2 用少量水吹洗杯壁,加热溶解盐类,将溶液移入预先盛有 0.3 g 溴化钾及 0.3 g 硫酸肼的 300 mL 三角烧瓶中,加入 40 mL 盐酸(3.2.1),用水吹洗烧杯,使三角烧瓶中溶液总体积为 80 mL。连接蒸馏装置,加热蒸馏(108 °C~109 °C),馏出液用预先盛有 50 mL 水的 250 mL 吸收瓶吸收。待蒸馏至残留液的体积约为原体积的三分之一时,停止蒸馏。

3.5.4.3 取下蒸馏瓶,用水吹洗蒸馏导管的内外壁。将吸收液加热至 40 °C~50 °C,加入 1 滴甲基橙指示剂(3.2.9),用溴酸钾标准滴定溶液(3.2.7)滴定至红色消失为终点。

3.6 分析结果的计算

砷含量以砷的质量分数 w_{As} 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_{As} = \frac{c \times (V_7 - V_6) \times 3 \times 74.92}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——溴酸钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

V_7 ——试液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_6 ——空白试验所消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_2 ——试料的质量,单位为克(g);

74.92——砷的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

计算结果表示到小数点后 2 位。

3.7 精密度

3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的 2 次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这 2 个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 5 数据采用线性内插法求得。

前 言

GB/T 8151《锌精矿化学分析方法》分为 20 个部分:

——第 1 部分:锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法和萃取分离 Na_2EDTA 滴定法;

——第 2 部分:硫量的测定 燃烧中和滴定法;

——第 3 部分:铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法;

——第 4 部分:二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 5 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 6 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 7 部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法;

——第 8 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 9 部分:氟量的测定 离子选择电极法;

——第 10 部分:锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;

——第 11 部分:铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;

——第 12 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 13 部分:锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和苯芴酮分光光度法;

——第 14 部分:镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 15 部分:汞量的测定 原子荧光光谱法;

——第 16 部分:钴量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 17 部分:锌量的测定 氢氧化物沉淀- Na_2EDTA 滴定法;

——第 18 部分:镓量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法;

——第 19 部分:金和银量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法;

——第 20 部分:铜、铅、铁、砷、镉、铋、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 8151 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分方法 1 为氢化物发生-原子荧光光谱法;方法 2 为溴酸钾滴定法。测定范围交叉部分,以方法 1 作为仲裁方法。

本部分代替 GB/T 8151.7—2000《锌精矿化学分析方法 砷量的测定》。与 GB/T 8151.7—2000 相比,主要有如下变动:

——对文本格式进行了修改;

——补充了精密度和试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 1 起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分方法 2 起草单位:北京矿冶研究总院。

本部分方法 1 参加起草单位:巴彦淖尔紫金有色金属有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、北京矿冶研究总院、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本部分方法 2 参加起草单位:中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、中条山有色金属集团有限公司、昆明冶金研究院、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分方法 1 主要起草人：李合庆、李杰、赵红艳、李琼莉、余伟、王芳、张亚兵、马丽、张威、李岩、董秀文。

本部分方法 2 主要起草人：陈殿耿、王皓莹、曹艳、赵红艳、张光华、常冀湘、刘英波、王建琴、潘晓玲、李玉琴。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8151.7—1987、GB/T 8151.7—2000。

74.92——砷的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定 3 份，结果保留 4 位有效数字，其极差值不大于 5×10^{-9} mol/mL 时，取其平均值。否则重新标定。

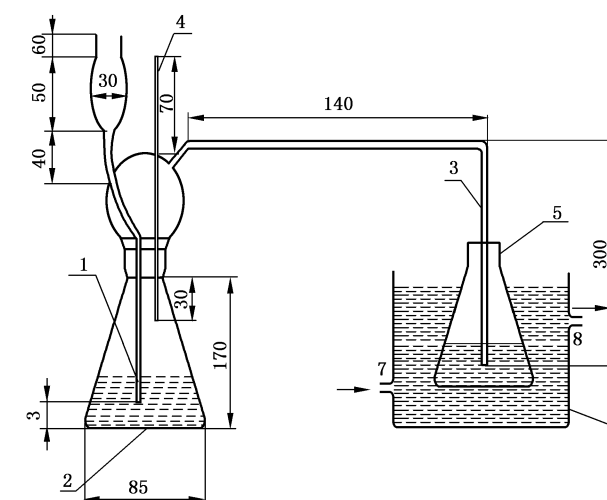
3.2.8 酚酞指示剂(1 g/L, 乙醇溶液)。

3.2.9 甲基橙指示剂(1 g/L)。

3.3 仪器

砷蒸馏装置见图 1。

单位为毫米



说明：

- 1——安全管(内径 3 mm)；
- 2——30 mL 标准磨口三角烧瓶(瓶口内径 29 mm)；
- 3——蒸馏导管(内径 6 mm)；
- 4——温度计套管(内径 8 mm)；
- 5——250 mL 吸收瓶；
- 6——冷却水槽；
- 7——冷却水槽进水管；
- 8——冷却水槽出水管。

图 1 砷蒸馏装置示意图

3.4 试样

3.4.1 样品应通过 0.100 mm 孔筛。

3.4.2 样品预先在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘 1 h，置于干燥器中冷至室温。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

按表 4 称取试料，精确至 0.000 1 g。