

$$w = \frac{[(V_1c_1 - V_2c_2) - (V_3c_1 - V_4c_2)] \times 0.2Mm_0}{1\ 000mm_1} \times 100\%$$

$$= \frac{[(V_1c_1 - V_2c_2) - (V_3c_1 - V_4c_2)] \times Mm_0}{5\ 000mm_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

- V_1 ——加入及滴定所消耗的碘标准滴定溶液(见 B.3.15)的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_1 ——碘标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定所消耗的亚砷酸钠标准滴定溶液(见 B.3.16)的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_2 ——亚砷酸钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_3 ——空白试验所消耗的所有碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_4 ——空白试验加入及滴定所消耗的亚砷酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 0.2——碘($\frac{1}{2}I_2$)物质的量换算成砷(As)物质的量的系数;
- M ——砷(As)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=74.92$);
- m_0 ——吸砷并干燥后的试料质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——装填的试料质量的数值,单位为克(g)。
- 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

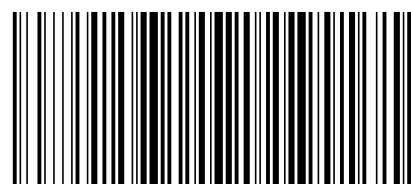


中华人民共和国国家标准

GB/T 31192—2014

常温铜系脱砷剂砷容试验方法

Test method of arsenic content for copper series arsenic removal capacity
at room temperature



GB/T 31192—2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-49894

定价: 16.00 元

2014-09-03 发布

2015-05-01 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

取 15 mL 碳酸氢钠饱和溶液(见 B.3.14),置于 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 水、2 mL 淀粉指示液(见 B.3.17),加入 20.00 mL~25.00 mL 亚砷酸钠标准滴定溶液(见 B.3.16)。用碘标准滴定溶液(见 B.3.15)滴定至浅蓝色。同时做空白试验。

亚砷酸钠标准滴定溶液浓度 $c(\frac{1}{2}\text{Na}_3\text{AsO}_3)$ 的数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(B.1)计算:

$$c(\frac{1}{2}\text{Na}_3\text{AsO}_3) = \frac{(V_1 - V_0) \times c_1}{V_2} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

V_1 ——碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验碘标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——碘标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——亚砷酸钠标准溶液的体积的准确数值,单位为毫升(mL)。

B.3.17 淀粉指示液:10 g/L。

B.3.18 酚酞指示液:10 g/L。用时现配。

B.4 分析步骤

B.4.1 试料溶液的制备

将试料(见 6.4.2)磨成均匀粉末,在 120 °C 下烘 1 h,放入干燥器内冷却至室温,称取 0.2 g~0.3 g 试料,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 的锥形瓶中,加入 10 mL 硫酸(见 B.3.9)、10 mL 硝酸(见 B.3.7),放到电炉上加热至冒烟(白色 SO_3),取下冷却到室温。

B.4.2 砷的还原

向锥形瓶中依次加入 20 mL 水、10 mL 盐酸(见 B.3.6)、1 mL 氯化铜溶液(见 B.3.12)、6 g 次磷酸钠(见 B.3.1),摇动使其溶解,然后于锥形瓶口塞上插有 $\phi 6$ mm~8 mm,长 500 mm~600 mm 的玻璃管的胶塞,加热煮沸 30 min,取下,流水冷却至室温。取下胶塞,用次磷酸钠-盐酸洗液(见 B.3.11)洗涤玻璃管和胶塞,用垫有适量脱脂棉并加有纸浆的漏斗过滤,用次磷酸钠-盐酸洗液洗涤锥形瓶及沉淀 6~7 次,再用氯化铵溶液(见 B.3.13)洗涤锥形瓶及沉淀 12~14 次(洗出液 pH 值为 5~6)。

B.4.3 滴定

将 B.4.2 所得的沉淀,连同纸浆脱脂棉移入原锥形瓶中,用 15 mL 碳酸氢钠饱和溶液(见 B.3.14)洗涤漏斗,洗液并入锥形瓶中,用一小片滤纸将漏斗及锥形瓶口擦净,滤纸片放入锥形瓶内,振摇使纸浆及脱脂棉散开后,在摇动下加入碘标准滴定溶液(见 B.3.15)至黄色,并过量 3 mL~5 mL,放置数分钟,使砷完全溶解。加水至约 70 mL,用亚砷酸钠标准滴定溶液(见 B.3.16)滴定至无色,并过量 3 mL~5 mL,加入 2 mL 淀粉指示液(见 B.3.17),再用碘标准滴定溶液滴定至淡蓝色为终点。

注:须在 2 h 内完成过滤、洗涤和滴定等步骤,否则将使砷结果偏低。

B.5 空白试验

在测定试液的同时,用同样的步骤、同样数量的试剂,不加试液做空白试验。

B.6 分析结果的计算

砷容以砷的质量分数 w 计,按式(B.2)计算:

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
常 温 铜 系 脱 砷 剂 砷 容 试 验 方 法

GB/T 31192—2014

*

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(100029)
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 15 千字
2014 年 9 月第一版 2014 年 9 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49894 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

附录 B
(规范性附录)

砷容分析方法(次磷酸钠还原-碘量法)

B.1 一般规定

本附录所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

B.2 原理

试样用硫酸和硝酸溶解,升温驱除硝酸。在盐酸介质中,以铜为催化剂,用次磷酸钠将砷还原为单质砷。在弱碱性介质中,用碘溶液将砷溶解,过量的碘用亚砷酸钠标准溶液回滴。根据所消耗的标准滴定溶液的体积,来计算砷的百分含量。

B.3 试剂

B.3.1 次磷酸钠。

B.3.2 碳酸钠。

B.3.3 碘。

B.3.4 碘化钾。

B.3.5 三氧化二砷(基准试剂)。

B.3.6 盐酸。

B.3.7 硝酸。

B.3.8 盐酸溶液:1+3。

B.3.9 硫酸溶液:1+1。

B.3.10 氢氧化钠溶液:200 g/L。

B.3.11 次磷酸钠-盐酸洗液:5 g/L。

5 g 次磷酸钠(见 B.3.1)溶于 1 000 mL 盐酸(见 B.3.8)中。

B.3.12 氯化铜溶液:100 g/L。

10 g 氯化铜溶于 50 mL 盐酸(见 B.3.6)中,用水稀释至 100 mL,混匀。

B.3.13 氯化铵溶液:50 g/L。

B.3.14 碳酸氢钠饱和溶液。

B.3.15 碘标准滴定溶液: $c(\frac{1}{2}I_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

B.3.16 亚砷酸钠标准滴定溶液: $c(\frac{1}{2}Na_3AsO_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 4.95 g 三氧化二砷(见 B.3.5),置于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 氢氧化钠溶液(见 B.3.10),微热溶解后,冷却,用水吹洗杯壁,加水至约 150 mL,加入 2 滴酚酞指示液(见 B.3.18),滴加硫酸(见 B.3.9)至红色消失,加入 5 g 碳酸钠(见 B.3.2),冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 10)归口。

本标准起草单位:南化集团研究院、山东迅达化工集团有限公司、北京三聚环保新材料股份有限公司、西安元创化工科技股份有限公司。

本标准主要起草人:邱爱玲、胡文宾、倪雪梅、陈延浩、王强、周晓奇、赵家骥、杨金帅、孙国双。