

表 2 允许差

%

砷含量(质量分数)	允许差
0.005~0.010	0.003
>0.010~0.020	0.005
>0.020~0.050	0.007
>0.050~0.10	0.01
>0.10~0.20	0.02

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- 遵守本标准规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响本标准未包括的操作,或者任选的操作。

GB/T 1516—2006

ICS 73.060.20
D 32

中华人民共和国国家标准

GB/T 1516—2006
代替 GB/T 1516—1979

锰矿石 砷含量的测定

二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

Manganese ores—Determination of arsenic content—
Silver diethyldithiocarbamate spectrophotometric method



GB/T 1516—2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-27698

定价: 8.00 元

2006-09-12 发布

2007-02-01 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

同时按 GB/T 14949.8 测定湿存水含量。

表 1

砷含量(质量分数)/%	试料量/g	分取溶液/mL
0.005~0.040	0.50	20.00
>0.040~0.10	0.20	20.00
>0.10~0.20	0.20	10.00

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料的分解

将试料(7.1)置于盛有约 2 g 过氧化钠的刚玉坩埚或高铝坩埚中,混匀,覆盖约 2 g 过氧化钠,置于 750℃ 马弗炉中,熔融 7 min~10 min,取出,冷却至室温,放入 250 mL 烧杯中,加入约 30 mL 热水,立即盖上表皿,待剧烈作用停止后[试剂空白加入 1 mL 硫酸铁溶液(4.8)],在不断搅拌下,慢慢加入硫酸(4.5)酸化至沉淀变稠,交替滴加过氧化氢(4.4)及硫酸(4.5)至锰的水化合物完全溶解,用水洗出坩埚,煮沸至无小气泡产生,取下,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.3.2 砷化氢气体发生与吸收

按表 1 分取试液于 150 mL 锥形瓶中,加入 6 mL 硫酸(4.5)、2 mL 氯化铵溶液(4.6)、5 mL 酒石酸溶液(4.7)、4 mL 碘化钾溶液(4.11)和 2.5 mL 氯化亚锡溶液(4.10),加水至 50 mL,混匀,放置 10 min~15 min。加入 10 mL 吸收液(4.13)于吸收管中,按图 1 装好砷化氢气体发生与吸收装置,加入 5 克无砷锌粒(4.2)于锥形瓶中,立即盖紧瓶塞,还原吸收 40 min,取出气体导管,用三氯甲烷(4.3)洗涤导管并稀释至吸收管刻度,加塞混匀。

7.3.3 测量

在分光光度计上,于波长 525 nm 处,以试剂空白吸收液作参比,测量吸收液吸光度,从校准曲线上查出相应的砷量。

7.3.4 校准曲线的绘制

分别移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL 砷标准溶液(4.14.2)于一组 150 mL 锥形瓶中,加入 6 mL 硫酸(4.5)、2.5 mL 硫酸铁溶液(4.8)、2 mL 硫酸锰溶液(4.9)、2 mL 氯化铵溶液(4.6),以下按 7.3.2 从加入 5 mL 酒石酸溶液(4.7)起进行氢化发生与吸收,以空白吸收液作参比,测量吸收液吸光度并绘制校准曲线。

8 结果计算

按式(1)计算试样中砷含量(质量分数) w_{As} :

$$w_{As}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \gamma} \times 100 \times \frac{100}{100 - A} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得的砷量,单位为微克(μg);

m ——试料量,单位为克(g);

γ ——试液分取比;

A ——试样中湿存水含量(质量分数)。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

中华人民共和国
国家标准
锰矿石 砷含量的测定
二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

GB/T 1516—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.bzchs.com

电话:68523946 68517548

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 0.5 字数 8 千字

2007 年 2 月第一版 2007 年 2 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-27698 定价 8.00 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)68533533

挤压后自然风干,保存于磨口瓶中备用。当使用过程中脱脂棉 1/3 变黑时,应更换。

4.13 砷化氢吸收液:称取 2 g 二乙氨基二硫代甲酸银,置于 500 mL 棕色瓶中,加入 480 mL 三氯甲烷和 20 mL 三乙醇胺,加塞摇动使之溶解,放置过夜后使用。如浑浊,则干过滤后使用。

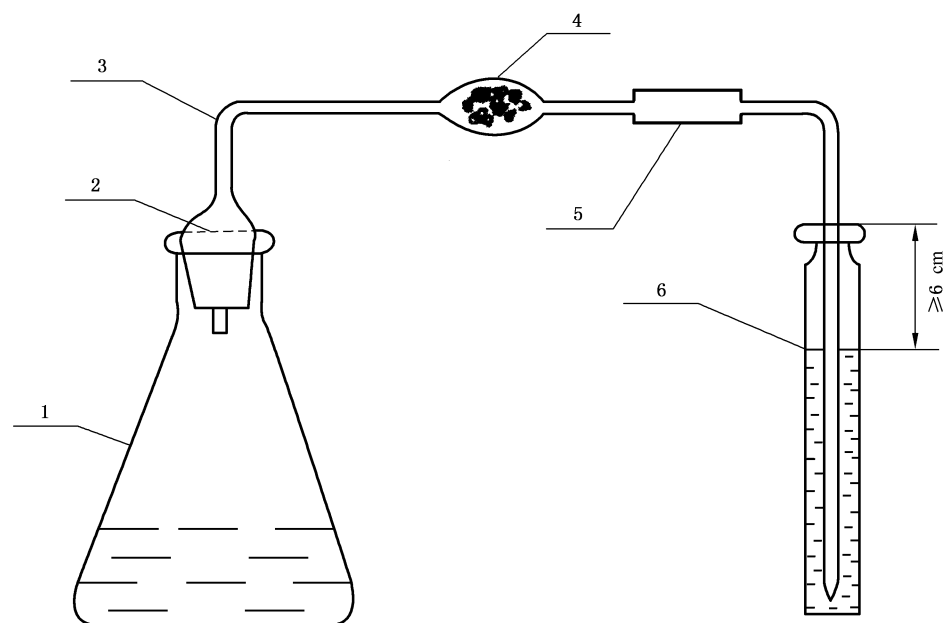
4.14 砷标准溶液

4.14.1 称取 0.132 0 g 预先在 105℃~110℃干燥 2 h 的三氧化二砷(基准试剂),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)溶解后,以硫酸(4.5)酸化至石蕊试纸变红,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 100 μg。

4.14.2 分取 25.00 mL 砷标准溶液(4.14.1)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 5 μg。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器及砷化氢气体发生与吸收装置。



- 1—砷化氢气体发生瓶(150 mL 锥形瓶);
 2—磨口塞;
 3—气体导管(内径 $\phi 4$ mm、出口处内径 $\phi 1$ mm);
 4—玻璃球(球径 $\phi 15$ mm、内盛乙酸铅脱脂棉);
 5—乳胶管;
 6—吸收管(10 mL 带塞比色管,为防止氢化发生时吸收液溅出,吸收管管口到 10 mL 刻线距离不应小于 6 cm)。

图 1 砷化氢气体发生与吸收装置

6 取制样

按照 GB/T 2011 规定进行取制样,试样应通过 0.080 mm 筛孔。

7 分析步骤

安全警告:砷化氢气体有毒,氢化发生时应在通风柜中进行;使用前应检查砷化氢气体发生与吸收装置的气体导管各接头处,防止漏气或堵塞。

7.1 试料量

按表 1 称取风干试料,精确至 0.000 1 g。

前 言

本标准代替 GB/T 1516—1979《锰矿石中砷量的测定》。

本标准与 GB/T 1516—1979 相比,主要变化如下:

——测定范围(质量分数)由 0.005%~0.10%改为 0.005%~0.20%;

——在 4.12 中增加了乙酸铅脱脂棉的使用说明;

——对砷化氢气体发生与吸收装置导管和吸收管的长度不作规定,但规定了吸收管 10 mL 刻线至管口的最小距离;

——标准中增加了安全警告;

——对测定允许差进行了修改。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:桂林矿产地质研究院。

本标准主要起草人:靳晓珠、杨仲平、李赋屏、黄华鸾、施意华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:GB/T 1516—1979。