

ICS 77.120.99
H 66



中华人民共和国国家标准

GB/T 23513.2—2009

GB/T 23513.2—2009

锗精矿化学分析方法 第2部分：砷量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Chemical analysis methods for germanium concentrate—
Part 2: Determination of arsenic content—Ferrous ammonium sulfate titration

中华人民共和国
国家标准
锗精矿化学分析方法
第2部分：砷量的测定
硫酸亚铁铵滴定法
GB/T 23513.2—2009

*
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

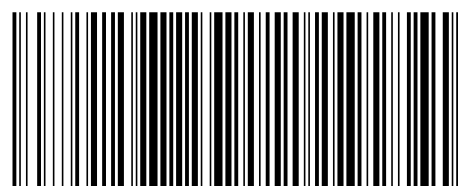
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548

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 6 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*
书号：155066·1-37499 定价 14.00 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



GB/T 23513.2—2009

2009-04-08 发布

2010-02-01 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

混酸(3.13), 25 mL 水, 4 滴二苯胺磺酸钠(3.14), 用重铬酸钾标准溶液滴定至紫色不褪为终点(V_4), $k=V_4/V_3$, 每次使用前均需标定。

4 分析步骤

4.1 试料

样品经磨细过 0.125 mm(120 目)分样筛后, 称取 0.50 g~1.00 g 试样, 精确至 0.000 1 g。

4.2 测定次数

独立的进行 2 次测定, 取其平均值。

4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.4 称取试料(4.1)于 300 mL 锥形瓶中, 加入 15 mL~20 mL 硝酸(3.3), 5 mL 溴水(3.8), 2 mL 氯化铵溶液(3.12), 加热溶解, 蒸发至 3 mL 左右时, 取下稍冷, 加 15 mL~20 mL 硫酸(3.6), 加热冒白烟至 5 mL 左右, 取下冷却。用约 10 mL 水清洗瓶壁, 再加热冒白烟至 3 mL, 再稍冷后加 40 mL 水, 加热溶解, 趁热过滤于 200 mL 锥形瓶中, 并用 40 mL 盐酸(3.4)洗涤。

4.5 称取 1.000 g 特级锗精矿试料于 300 mL 锥形瓶中, 加 80 mL 盐酸(1+1)(3.7)。

4.6 往 4.4 或 4.5 所得溶液中加入 2 mL 硫酸铜溶液(3.10), 5 g 次亚磷酸钠(3.1), 混匀后缓慢加热至微沸, 保持 40 min 后取下冷却。

4.7 用慢速定量滤纸过滤, 并先用 20 mL 盐酸(3.11), 20 mL 氯化铵溶液(3.9)洗涤。每种洗液分两次, 即每次 10 mL, 先洗涤原锥形瓶, 然后用滴管沿滤纸上缘流下, 保证把 Fe、Cu 和次亚磷酸钠充分洗去。

4.8 将滤纸移入原锥形瓶中, 加入适当过量的重铬酸钾标准溶液(3.15)(V_1)和 20 mL 硫-磷混酸(3.13)。用玻璃棒搅烂滤纸, 并观察砷颜色完全消失, 溶液呈淡黄色, 加 25 mL 水, 4 滴二苯胺磺酸钠指示剂(3.14), 用硫酸亚铁铵标准溶液(3.16)滴定至绿色为终点(V_2)。

5 分析结果的计算

按式(1)计算砷的质量分数:

$$w(\text{As}) = \frac{14.984c(V_1 - kV_2) - m_0}{10m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w(\text{As})$ ——砷的质量分数, %;

c ——重铬酸钾($1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——重铬酸钾标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 ——硫酸亚铁铵标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

k ——重铬酸钾标准溶液与硫酸亚铁铵标准溶液的体积比;

m_0 ——空白砷量, 单位为毫克(mg);

m ——试料量, 单位为克(g)。

6 精密度

6.1 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 在以下给出的平均值范围内, 这两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)的情况应不超过 5%, 重复性限(r)按表 1 数据采用线性内标法求得。

前 言

GB/T 23513《锗精矿化学分析方法》分为五部分:

——第 1 部分: 锗量的测定 碘酸钾滴定法;

——第 2 部分: 砷量的测定 硫酸亚铁铵滴定法;

——第 3 部分: 硫量的测定 硫酸钡重量法;

——第 4 部分: 氟量的测定 离子选择电极法;

——第 5 部分: 二氧化硅量的测定 重量法。

本部分为第 2 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位: 云南临沧鑫圆锗业股份有限公司。

本部分参加起草单位: 湖南怀化市洪江恒昌锗业有限公司、中金岭南韶关冶炼厂、南京锗厂有限责任公司、北京国晶辉红外光学科技有限公司。

本部分主要起草人: 包文东、李贺成、普世坤、郑洪、高孟朝、王坚。