

### 砷化学分析方法 第 2 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法

Methods for chemical analysis of arsenic—  
Part 2: Determination of antimony content—  
Malachite green spectrophotometric method

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
砷化学分析方法  
第 2 部分：锑量的测定  
孔雀绿分光光度法  
YS/T 519.2—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](http://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 7 千字  
2010 年 4 月第一版 2010 年 4 月第一次印刷

书号：155066·2-20493 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



YS/T 519.2-2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

根据筛上筛下实际比例按表 1 称取试样(精确至 0.000 1 g),质量为  $m_0$ 。

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

表 1 称样量与分取试液量

铈的含量/%	试料量/g	定容体积( $V_0$ )/mL	分取试液体积( $V_1$ )/mL
0.01~0.07	0.300	100.0	7.00
>0.07~0.20	0.200	100.0	4.00
>0.20~0.45	0.200	250.0	4.00

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硫酸(3.1),盖上表面皿,移至电炉上加热溶解至完全,继续加热蒸发至近干,取下冷却。加入 20 mL~30 mL 盐酸(3.2)溶解盐类,以盐酸(3.2)吹洗表面皿及杯壁,按表 1 移入相应的容量瓶中,以盐酸(3.2)定容,混匀。

6.3.2 按表 1 移取试液置于 150 mL 分液漏斗中[移取 4.00 mL 试液时需补加 3.00 mL 盐酸(3.2)],边摇边滴加氯化亚锡溶液(3.5)至试液黄色褪去并过量 2 滴,放置 5 min。

6.3.3 加入 2 mL 亚硝酸钠溶液(3.3),混匀,放置 10 min~15 min。加入 2 mL 尿素溶液(3.4)并摇动使大量气泡赶走,加入 25 mL 水,加入 1.00 mL 孔雀绿溶液(3.6),混匀。立即加入 10.0 mL 苯(3.9),振荡 30 s,静置分层后,弃去水相。将有机相移入 25 mL 干燥的比色管中。

6.3.4 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中。

6.3.5 以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长 625 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铈的质量( $m_1$ )。

### 6.4 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铈标准溶液(3.8),分别置于一组 150 mL 分液漏斗中,加入盐酸(3.2)至溶液体积为 7 mL,加入 2 滴氯化亚锡溶液(3.5),放置 5 min,以下按 6.3.3、6.3.4 进行。以试剂空白为参比,测量其吸光度。以铈的质量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按式(1)计算试料中铈的质量分数  $w_{\text{sb}}$ ,数值以%表示:

$$w_{\text{sb}} = \frac{V_0 \cdot m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的铈的质量,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——试料质量,单位为克(g);

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——分析试液定容体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至小数点后第三位。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

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

## 前 言

YS/T 519—2009《砷化学分析方法》共分 4 个部分:

——第 1 部分:砷量的测定 溴酸钾滴定法;

——第 2 部分:铈量的测定 孔雀绿分光光度法;

——第 3 部分:硫量的测定 硫酸钡重量法;

——第 4 部分:铋、铈、硫量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 519 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 519.2—2006(原 GB/T 4373.2—1984)《砷化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定铈量》。与 YS/T 519.2—2006 相比,本部分主要有如下变动:

——对试样粒度提出了新的要求,由试样须经 80 目筛筛分,直径不大于 2 mm,改为试样全部通过 0.84 mm 筛,再用 0.42 mm 筛筛分;

——对称样比例进行了修改,由按筛上与筛下比为 3:1 称取,修改为按筛上筛下实际比例称取;

——对文本格式进行了修改;

——补充了精密度、质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:湖南水口山有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分主要起草人:谭平生、谭谦、鲁春艳、凌宗干、刘彬彬、蔡军、刘嫣、庞文林、李四红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4373.2—1984;

——YS/T 519.2—2006。