

钼化学分析方法
钼蓝光度法测定砷量

UDC 669.28:543
.42:546.19

GB 4325.5—84

Methods for chemical analysis of molybdenum
The molybdenum blue photometric method
for the determination of arsenic content

本标准适用于钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵中砷量的测定。测定范围：0.00020~0.0060%。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硫酸、硫酸铵分解后，在11N硫酸介质中，存在0.4M碘化钾条件下，用苯萃取砷(Ⅲ)与主体钼及其它杂质分离。以稀硫酸及水反萃取砷(Ⅲ)。用高锰酸钾氧化砷(Ⅲ)为砷(V)，加亚硫酸钠还原过剩的高锰酸钾，控制试液为0.4N硫酸酸度，使砷(V)与钼酸铵形成杂多酸，以硫酸肼还原成砷钼蓝，测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硫酸铵。

2.2 苯。

2.3 硫酸(比重1.84)。

2.4 硫酸(11N)。

2.5 硫酸(4N)。

2.6 硫酸(1N)。

2.7 硫酸(1+1)。

2.8 硫酸(1+2)。

2.9 碘化钾溶液(5M)：称取83g碘化钾溶于水中，并稀释至100ml，混匀。用时配制。

2.10 钼酸铵溶液(1%)，高纯。必要时过滤。

2.11 高锰酸钾溶液(1.5%)。

2.12 亚硫酸钠(Na_2SO_3)溶液(2%)。用时配制。

2.13 硫酸肼溶液(0.15%)。

2.14 洗涤液：30体积硫酸(2.4)与2体积碘化钾溶液(2.9)相混合。用时混合。

2.15 对硝基酚乙醇溶液(1%)：称取1g对硝基酚溶于100ml无水乙醇中。

2.16 二次蒸馏水(本方法均用此水)。

2.17 砷标准溶液

2.17.1 称取0.1320g预先经110℃烘干之三氧化二砷(99.9%以上)，置于200ml烧杯中，加入10ml 5%氢氧化钠溶液溶解，加入2滴对硝基酚乙醇溶液。以硫酸(2.8)中和至溶液变为无色，并过量10ml，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100μg砷。

2.17.2 移取25.00ml砷标准溶液(2.17.1)，置于500ml容量瓶中，滴加5滴硫酸(2.8)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5μg砷。