



中华人民共和国国家标准

砷化学分析方法  
孔雀绿光度法测定锑量

UDC 669.778:543  
.42:546.86

GB 4373.2-84

Methods for chemical analysis of arsenic  
The malachite green photometric method  
for the determination of antimony content

调整为: YS/T 519.2 - 2006

本标准适用于砷中锑量的测定。测定范围: 0.010~0.450%。

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

试样用硫酸加热溶解后蒸干, 用盐酸溶解, 于分液漏斗中, 用氯化亚锡还原, 亚硝酸钠将锑氧化至五价, 在约1.5 N盐酸介质中, 加入孔雀绿显色, 以苯萃取, 于分光光度计波长625 nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 硫酸(比重1.84)。

2.2 盐酸(2+1)。

2.3 亚硝酸钠溶液(10%)。

2.4 尿素溶液(50%)。

2.5 氯化亚锡溶液: 称取10g氯化亚锡, 置于250 ml烧杯中, 加入67 ml盐酸(比重1.19)使其溶解, 用水稀释至100 ml, 混匀。

2.6 孔雀绿溶液(0.1%): 称取0.10g孔雀绿, 置于150 ml烧杯中, 加入50 ml乙醇、50 ml水使其溶解, 过滤于棕色瓶中, 混匀。

2.7 锑标准贮存溶液: 称取0.5000g纯锑(99.9%以上), 置于250 ml烧杯中, 加入10 ml硫酸(2.1), 盖上表皿, 在电炉上加热溶解, 继续加热冒硫酸烟并蒸发至溶液体积约为2 ml, 取下冷至室温, 加少量盐酸(2.2)溶解盐类并移入1000 ml容量瓶中, 用盐酸(2.2)洗表皿及烧杯数次, 并入容量瓶中, 用盐酸(2.2)稀释至刻度, 混匀。此溶液1 ml含0.50 mg锑。

2.8 锑标准溶液: 移取4.00 ml锑标准贮存溶液(2.7), 置于500 ml容量瓶中, 用盐酸(2.2)稀释至刻度, 混匀。此溶液1 ml含0.004 mg锑。

2.9 苯。

2.10 无水乙醇。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

4.1 砷试样须经80目筛网筛分, 筛上直径应不大于2 mm。

4.2 试样加工后保存在干燥器中, 当天称取进行分析, 并按筛上与筛下比为3:1称取试样。

## 5 分析步骤

### 5.1 测定数量

称取两份试样进行测定, 取其平均值。

### 5.2 试样量

按表1称取试样

表 1

| 铈 量, %       | 试 样 重, g | 移 取 溶 液 量, ml |
|--------------|----------|---------------|
| 0.01 ~ 0.08  | 0.3000   | 7.00          |
| >0.08 ~ 0.20 | 0.2000   | 4.00          |
| >0.20 ~ 0.45 | 0.1000   | 4.00          |

### 5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

### 5.4 测定

**5.4.1** 将试样(5.2)置于100ml烧杯中, 加入5ml硫酸(2.1), 盖上表皿, 加热溶解试样, 继续加热蒸发至近干, 取下冷却。加入20~30ml盐酸(2.2)溶解盐类, 移入100ml容量瓶中, 用盐酸(2.2)洗涤烧杯并入容量瓶中, 用盐酸(2.2)稀释至刻度, 混匀。

**5.4.2** 按表1移取溶液置于150ml分液漏斗中〔移取4.00ml溶液时需补加3.00ml盐酸(2.2)〕, 滴加氯化亚锡溶液(2.5)至溶液黄色褪去并过量2滴, 放置5min。

**5.4.3** 加入2ml亚硝酸钠溶液(2.3), 混匀, 放置10~15min。加入2ml尿素溶液(2.4)并摇动使大量气泡赶走, 加入25ml水, 加入1.00ml孔雀绿溶液(2.6), 混匀。立即加入10.0ml苯(2.9), 振荡30s, 静置分层后, 弃去水相。将有机相移入25ml干燥的比色管中。

**5.4.4** 加入5滴无水乙醇(2.10), 将部分溶液移入1cm比色皿中。

**5.4.5** 以随同试样的空白为参比, 于分光光度计波长625nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铈量。

### 5.5 工作曲线的绘制

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00ml铈标准溶液(2.8), 分别置于一组150ml分液漏斗中, 加入盐酸(2.2)至溶液体积为7ml, 加入2滴氯化亚锡溶液(2.5), 放置5min, 以下按5.4.3~5.4.4款进行。以试剂空白为参比, 测量其吸光度。以铈量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

按下式计算铈的百分含量:

$$Sb(\%) = \frac{m_1 \times 10}{m_0 \cdot V}$$

式中:  $m_1$ ——自工作曲线上查得的铈量, mg;

$m_0$ ——试样量, g;

$V$ ——移取部分溶液的体积, ml。

分析结果表示到小数点后三位。