

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 519.2—2009
代替 YS/T 519.2—2006

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

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

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。

砷化学分析方法

第 2 部分: 铈量的测定

孔雀绿分光光度法

警告: 砷及其化合物为有毒物质, 接触和处置时需要特别小心。

1 范围

YS/T 519 的本部分规定了砷中铈量的测定方法。

本部分适用于砷中铈量的测定。测定范围: 0.01%~0.45%。

2 方法提要

试料用硫酸加热溶解后蒸至近干, 用盐酸溶解, 移入容量瓶中, 移取部分试液于分液漏斗中, 先用氯化亚锡还原, 再用亚硝酸钠将铈氧化至五价, 在约 1.5 mol/L 盐酸介质中, 加入孔雀绿显色, 以苯萃取, 有机相于分光光度计波长 625 nm 处测量其吸光度求得铈量。

3 试剂

分析过程中除非有特殊说明, 否则均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 硫酸。

3.2 盐酸(2+1)。

3.3 亚硝酸钠溶液(100 g/L)。

3.4 尿素溶液(500 g/L)。

3.5 氯化亚锡溶液(100 g/L): 称取 10 g 氯化亚锡, 置于 250 mL 烧杯中, 加入 67 mL 盐酸(ρ_1 1.19 g/mL)使其溶解, 移入 100 mL 滴瓶中, 用水稀释至 100 mL, 混匀(可用一周至二周)。

3.6 孔雀绿溶液(1 g/L): 称取 0.10 g 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。

3.7 铈标准贮存溶液: 称取 0.500 0 g 金属铈($w_{\text{Ce}} \geq 99.99\%$), 置于 250 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硫酸(3.1), 盖上表面皿, 置电炉上加热溶解至完全, 继续加热冒硫酸烟并蒸发至溶液体积约为 2 mL, 取下冷却至室温, 加少量盐酸(3.2)溶解盐类并移入 1 000 mL 容量瓶中, 用盐酸(3.2)吹洗表面皿及杯壁, 并入容量瓶中, 用盐酸(3.2)稀释至刻度, 混匀, 此溶液 1 mL 含 0.5 mg 铈。

3.8 铈标准溶液(0.004 mg/mL): 移取 4.00 mL 铈标准贮存溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中, 以盐酸(3.2)稀至刻度, 混匀, 此溶液 1 mL 含 4 μg 铈。

3.9 苯。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成全部过 0.84 mm 筛的样屑, 再用 0.42 mm 筛筛分, 样品分筛上、筛下分别装入磨口瓶中, 用石蜡密封。加工时应防止过热氧化。