

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 281.4—2011
代替 YS/T 281.4—1994

钴化学分析方法 第 4 部分：砷量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of cobalt—
Part 4: Determination of arsenic content—
Molybdenum blue spectrophotometry

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
钴化学分析方法
第 4 部分:砷量的测定 钼蓝分光光度法
YS/T 281.4—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:010-68522006

2012 年 8 月第一版

*

书号: 155066 · 2-23866

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 281《钴化学分析方法》共分为如下 20 个部分：

- 第 1 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 4 部分：砷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 5 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 6 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 7 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分：铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分：砷、锑、铋、锡、铅量的测定 电热原子吸收光谱法
- 第 13 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 14 部分：碳量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法
- 第 15 部分：砷、锑、铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 16 部分：砷、镉、铜、锌、铅、铋、锡、锑、硅、锰、铁、镍、铝、镁量的测定 直流电弧原子发射光谱法
- 第 17 部分：铝、锰、镍、铜、锌、镉、锡、锑、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- 第 18 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 19 部分：钙、镁、锰、铁、镉、锌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
- 第 20 部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法

本部分为 YS/T 281 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 281.4—1994《钴化学分析方法 钼蓝分光光度法测定砷量》。与 YS/T 281.4—1994 相比，本部分主要有如下变化：

- 测定下限由 0.001 5% 下延为 0.000 10%；
- 对文本格式进行了修改，补充了质量保证和控制条款，增加了重复性限和再现性限；
- 补充了对试验报告的要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本标准负责起草单位：金川集团有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分负责起草单位：浙江华友钴业股份有限公司。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：郁惠坤、李革兰、谢柏华、范娟惠、吕庆成、董丽萍、冯先进、高颖剑。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 281.4—1994。

钴化学分析方法

第 4 部分：砷量的测定 钼蓝分光光度法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 281 的本部分规定了钴中砷量的测定方法。

本部分适用于钴中砷量的测定。测定范围：0.000 10%~0.005 0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解。在酸性溶液中，砷(V)与钼酸铵所形成的砷钼杂多酸络合物被乙酸乙酯-正丁醇混合溶剂萃取，用氯化亚锡还原成钼蓝，于分光光度计波长 650 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

如无特殊说明，所用试剂均为分析纯试剂，制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水或相当纯度的实验室用水。

- 3.1 氢氧化钠，优级纯。
 - 3.2 无水硫酸钠，优级纯。
 - 3.3 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，优级纯。
 - 3.4 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)，优级纯。
 - 3.5 氢氧化铵($\rho=0.88 \text{ g/mL}$)，高纯。
 - 3.6 三氯甲烷。
 - 3.7 正丁醇。
 - 3.8 乙酸乙酯。
 - 3.9 硝酸(3+2)。
 - 3.10 硝酸(1+1)。
- 注：用经排除了氮氧化物的硝酸配制。
- 3.11 氢氧化钠溶液(20 g/L)。
 - 3.12 次溴酸钠溶液：取 45 mL 饱和溴水于塑料瓶中，加入 30 mL 氢氧化钠溶液(3.11)，165 mL 水，混匀。
 - 3.13 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(50 g/L)：用慢速定量滤纸过滤于塑料瓶中。
 - 3.14 磷萃取液：三份三氯甲烷与一份正丁醇混合。
 - 3.15 砷萃取液：一份乙酸乙酯与一份正丁醇混合。
 - 3.16 硫酸洗液：加 70 mL 硫酸($\rho=1.84 \text{ g/mL}$)于 840 mL 水中，再加入 30 mL 钼酸铵溶液(3.13)，60 mL 正丁醇，充分混匀。
 - 3.17 还原液 A：溶解 1 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 80 mL 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)中。