



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.10—93

钨矿石、钼矿石化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定砷量

Methods for chemical analysis of tungsten ores
and molybdenum ores—Determination of arsenic
content—Silver diethyl-dithiocarbamate photometric method

1993-05-12发布

1994-02-01实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

钨矿石、钼矿石化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定砷量

GB/T 14352.10—93

Methods for chemical analysis of tungsten ores
and molybdenum ores—Determination of arsenic
content—Silver diethyl-dithiocarbamate photometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钨矿石、钼矿石中砷含量的测定方法。

本标准适用于钨矿石、钼矿石中砷含量的测定，测定范围 $5\sim 1500 \mu\text{g/g}$ 。

2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

3 方法提要

试料用硝酸、硫酸分解，在硫酸介质中，在碘化钾存在下，用氯化亚锡将五价砷还原为三价砷，再用无砷锌粒将三价砷还原为气态砷化氢。逸出的砷化氢，用含有三乙醇胺的二乙基二硫代氨基甲酸银(Ag-DDTC)的三氯甲烷溶液吸收。Ag-DDTC 中的银离子被还原成红棕色胶态银，于分光光度计上，波长 530 nm 处测量吸光度，以间接法测定砷量。

4 试剂

4.1 无砷锌粒(粒径为 $2\sim 3 \text{ mm}$)。

4.2 硝酸($\rho 1.40 \text{ g/mL}$)。

4.3 三氯甲烷。

4.4 硫酸(1+1 V+V)。

4.5 碘化钾溶液(30% m/V)。

4.6 酒石酸溶液(50% m/V)。

4.7 氯化亚锡溶液(20% m/V)：称取 20 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，加入 25 mL 盐酸，加热溶解，冷却后用水稀释至 100 mL，投入 1 g 锡粒，贮于棕色瓶中。

4.8 硫酸铁铵溶液(20 mgFe/mL)：称取 173 g 硫酸铁铵 [$\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]，加入水和 10 mL 硫酸(4.4)，搅拌溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.9 乙酸铅脱脂棉：将脱脂棉浸入含有乙酸-乙酸铅(0.5% V/V~10% m/V)的溶液中，浸透后取出，挤干，室温凉干后备用。

4.10 Ag-DDTC-三乙醇胺-三氯甲烷吸收液：称取 2.0 g Ag-DDTC，置于盛有 485 mL 三氯甲烷(4.3)和 15 mL 三乙醇胺($\rho 1.12 \text{ g/mL}$)的棕色瓶中，加塞摇匀，使之溶解，放置过夜后使用(如遇混浊或仍有未溶时，使用前应过滤除去)。

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施