

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 519.1—2009
代替 YS/T 519.1—2006

砷化学分析方法 第 1 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of arsenic—
Part 1: Determination of arsenic content—Potassium bromate
titrimetric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

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、锑、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 1 部分。

本部分代替 YS/T 519.1—2006(原 GB/T 4373.1—1984)《砷化学分析方法 溴酸钾容量法测定砷量》，与 YS/T 519.1—2006 相比，本部分主要有如下变动：

- 增加了空白试验；
- 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：曾光明、谭平生、谢丽、孙孝惠、刘彬彬、曾凌云、彭新湘、李兵、杨德利。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4373.1—1984；
- YS/T 519.1—2006。

砷化学分析方法

第 1 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法

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砷量的测定方法。

本部分适用于砷中砷量的测定。测定范围：98.0%~99.8%。

2 方法提要

试料用硫酸加热溶解，加水煮沸，以甲基橙为指示剂，趁热以溴酸钾标准溶液滴定至红色消失为终点，由消耗的溴酸钾标准滴定溶液体积计算砷、锑含量，扣除锑量后即砷的含量。

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 三氧化二砷($w[\text{As}_2\text{O}_3] \geq 99.99\%$)：使用前应置于浓硫酸干燥器中干燥 24 h 以上。

3.2 硫酸($\rho 1.83 \text{ g/mL}$)。

3.3 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.4 硝酸(1+4)。

3.5 尿素溶液(100 g/L)：将 10.0 g 尿素溶于 50 mL 水中，以水稀释至 100 mL，混匀。

3.6 溴酸钾标准滴定溶液($\rho[\text{KBrO}_3] = 3.04 \text{ g/L}$)。

3.6.1 配制：称取 3.04 g 溴酸钾与 3.0 g 溴化钾置于 300 mL 烧杯中，用少量水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，放置两天后标定。

3.6.2 标定：平行称取三份约 0.53 g(m_1 , 精确至 0.000 1 g)三氧化二砷(3.1)，分别置于 400 mL 烧杯中。加 20 mL 硫酸(3.2)，盖上表面皿，在电炉上加热至溶解后，继续加热 10 min，取下冷却，用少量水吹洗表面皿及杯壁，加 100 mL 水，在电炉上加热煮沸。移至电磁搅拌器上，移开表面皿，在不断搅拌下加入 5 mL 硝酸(3.4)，5 mL 尿素溶液(3.5)，从 100 mL 胖肚滴定管中滴入溴酸钾标准滴定溶液，待滴至 95 mL 左右，加入 2 滴~3 滴甲基橙指示剂，缓慢滴定至接近终点，再慢慢滴至红色消失为终点，体积为 V_1 。同时做空白标定，体积为 V_0 。

按式(1)计算溴酸钾标准滴定溶液对砷的滴定系数：

$$K = \frac{m_1}{V_1 - V_0} \times 0.757 4 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

K ——滴定系数，单位体积溴酸钾标准滴定溶液相当于砷的量，单位为克每毫升(g/mL)；

m_1 ——称取三氧化二砷的质量，单位为克(g)；

V_1 ——标定时消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白标定时消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

0.757 4——三氧化二砷换算为砷的换算因素。

标定结果的极差值大于 0.000 006 g/mL 时，需重新称取三份三氧化二砷进行标定。

3.7 指示剂

甲基橙的饱和水溶液，过滤后使用。