



中华人民共和国国家标准

GB/T 5195.19—2018

萤石 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

**Fluorspar—Determination of arsenic content—
Silver diethyldithiocarbamate spectrometric method**

[ISO 9505:1992, All grades of fluorspar—Determination of arsenic content—Silver diethyldithiocarbamate spectrometric method, MOD]

2018-09-17 发布

2019-06-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 5195 萤石的分析方法分为以下部分：

- GB/T 5195.1 萤石 氟化钙含量的测定 EDTA 滴定法和蒸馏-电位滴定法；
- GB/T 5195.2 萤石 碳酸盐含量的测定；
- GB/T 5195.3 萤石 105 °C 质损量的测定 重量法；
- GB/T 5195.4 萤石 硫化物含量的测定 碘量法；
- GB/T 5195.5 萤石 总硫含量的测定 管式炉燃烧-碘酸钾滴定法；
- GB/T 5195.6 萤石 磷含量的测定 分光光度法；
- GB/T 5195.7 萤石 锌含量的测定 原子吸收光谱法；
- GB/T 5195.8 萤石 二氧化硅含量的测定；
- GB/T 5195.9 萤石 灼烧减量的测定 重量法；
- GB/T 5195.10 萤石 铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- GB/T 5195.11 萤石 锰含量的测定 高碘酸盐分光光度法；
- GB/T 5195.12 萤石 砷含量的测定 原子荧光光谱法；
- GB/T 5195.13 萤石 铝含量的测定 EDTA 滴定法；
- GB/T 5195.14 萤石 镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 5195.15 萤石 钙、铝、硅、磷、硫、钾、铁、钡、铅含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- GB/T 5195.16 萤石 硅、铝、铁、钾、镁和钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- GB/T 5195.17 萤石 浮选剂含量的测定 重量法；
- GB/T 5195.18 萤石 硫酸钡含量的测定 重量法；
- GB/T 5195.19 萤石 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法。

本部分为 GB/T 5195 的第 19 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法修改采用 ISO 9505:1992《所有等级萤石 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法》。

本部分与 ISO 9505:1992 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本部分与 ISO 9505:1992 的章条对照一览表。

本部分与 ISO 9505:1992 相比存在技术性差异,附录 B 中给出了本部分与 ISO 9505:1992 的技术性差异及其原因的一览表。

本部分还做了下列编辑性修改：

- 为与现有标准系列一致,将标准名称改为《萤石 砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法》；
- 增加了资料性附录 A 和附录 B,以提供本部分与 ISO 9505:1992 的结构变化的对照和技术性差异的说明。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本部分起草单位:中华人民共和国上海出入境检验检疫局工业品与原材料检测技术中心、中国地质大学(武汉)、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:刘曙、徐杰、周海明、严德天、张金阳、卢春生。

萤石 砷含量的测定

二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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要求。

1 范围

GB/T 5195 的本部分规定了二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定砷含量。

本部分适用于萤石中砷含量的测定。测定范围(质量分数):0.000 2%~0.050 0%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 22564 萤石 取样和制样(GB/T 22564—2008,ISO 8868:1989,IDT)

3 原理

试样经硝酸、硫酸、盐酸、饱和溴水组成的混酸溶解,蒸发至硫酸刚开始冒烟。在盐酸介质中,用锌把砷还原为氢化砷,再用二乙基二硫代氨基甲酸银溶液吸收氢化砷,在约 530 nm 波长下对分散的银胶体产生的紫红色用分光光度计测定。

4 试剂

分析中只使用认可的分析纯试剂,只使用符合 GB/T 6682 规定的二级水或相当纯度的水。

4.1 碘化钾。

4.2 无砷锌粒,0.60 mm~0.85 mm。

4.3 盐酸, $\rho=1.19$ g/mL。

4.4 硝酸, $\rho=1.42$ g/mL。

4.5 硫酸, $\rho=1.84$ g/mL。

4.6 饱和溴水。

4.7 三氯甲烷。

4.8 硫酸,1+2。

4.9 硫酸,1+10。

4.10 氢氧化钠溶液,40 g/L。

4.11 氯化亚锡溶液,400 g/L:称取 40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶解到 100 mL 盐酸(4.3)中,密封储存于棕色瓶中。