

砷化学分析方法
硫酸钡重量法测定硫量

UDC 669.778:543
.21:546.22

GB 4373.3—84

Methods for chemical analysis of arsenic
The barium sulphate gravimetric method
for the determination of sulphur content

本标准适用于砷中硫量的测定。测定范围：0.10~0.50%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以硝酸-氯酸钾溶解，加盐酸蒸干，在约0.2N盐酸酸度下加入氯化钡溶液使其生成硫酸钡沉淀，过滤、灼烧、称量硫酸钡质量。

2 试剂

2.1 氯酸钾。

2.2 盐酸（比重1.19）。

2.3 硝酸-氯酸钾饱和溶液：将氯酸钾加入硝酸（比重1.42）中，搅拌使之溶解直至加入的氯酸钾不再溶解为止。

2.4 氯化钡溶液（10%）。过滤后使用。

2.5 硝酸银溶液（1.0%）。

3 试样

3.1 砷试样须经80目筛网筛分，筛上直径应不大于2 mm。

3.2 试样加工后保存在干燥器中，当天称取进行分析，并按筛上与筛下比为3:1称取试样。

4 分析步骤

4.1 测定数量

称取两份试样进行测定，取其平均值。

4.2 试样量

称取1.600g试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样（4.2）置于400ml烧杯中，以少量水润湿，在不断摇动下缓慢加入25ml硝酸-氯酸钾饱和溶液（2.3）（切忌此时不能加热，以防爆炸），必要时酌情补加2~3g氯酸钾（2.1），待激烈反应停止后移于电炉上加热溶解并蒸干。取下稍冷，加入10ml盐酸（2.2），用水洗杯壁及表面，低温蒸干。取下，加入10ml盐酸（2.2），再低温蒸干，取下，加入3ml盐酸（2.2），及50ml水，加热溶解盐类，用中速滤纸过滤，热水洗涤烧杯与沉淀共12次，滤液用水稀释至200ml。

4.4.2 将溶液煮沸，取下，在不断搅拌下加入 25 ml 氯化钡溶液（2.4），再煮沸 5～10 min，在 50～60℃ 静置 2 h 以上。

4.4.3 用慢速定量滤纸过滤，用热水洗涤烧杯及沉淀，将烧杯中的沉淀全部移于滤纸上，用热水洗涤沉淀至洗出液无氯离子〔用硝酸银（2.5）检查〕为止。

4.4.4 将滤纸连同沉淀移入已恒量的瓷坩埚中，在电炉上灰化，移入已升温的高温炉中，在 800～850℃ 灼烧 30 min。取出放入干燥器中，冷却至室温，称量。重复灼烧、冷却、称量，直至恒量。

5 分析结果的计算

按下式计算硫的百分含量：

$$S(\%) = \frac{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3) \times 0.1374}{m_0} \times 100$$

式中：\$m_2\$——坩埚和硫酸钡的质量，g；

\$m_1\$——坩埚的质量，g；

\$m_4\$——坩埚和随同试样所做空白的质量，g；

\$m_3\$——坩埚的质量，g；

\$m_0\$——试样量，g；

0.1374——硫酸钡换算为硫的换算因数。

分析结果表示到小数点后二位。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

硫 量	允 许 差
0.10 ~ 0.20	0.04
0.20 ~ 0.35	0.06
0.35 ~ 0.50	0.08

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由湖南水口山矿务局负责起草。

本标准由湖南水口山矿务局科研所起草。

本标准主要起草人孙孝惠、刘彬彬。