

文章编号:1673-9981(2007)03-0242-03

# 连续滴定法测定矿石及合金中砷锑含量

王 津, 戴凤英

(广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510650)

**摘 要:** 用浓硫酸溶样,在一定温度下,先用硫酸铈滴定,再用溴酸钾滴定,可分别计算出Sb和As的含量。该法操作简单、测定快速,相对标准偏差小于1.5%,适用于常规的矿石和合金中砷锑的测定。

**关键词:** As; Sb; 硫酸铈; 溴酸钾; 连续滴定

**中图分类号:** O655.2

**文献标识码:** B

矿石中砷锑的分析方法一般有容量法、比色法和CP-AES法。容量法适用于测定中高含量的砷锑,比色法和ICP-AES法适用于测定中低含量的砷锑。参照已有的测定矿石中锑<sup>[1]</sup>和砷<sup>[2]</sup>的容量法及其它试样中砷锑的连续滴定方法<sup>[3-4]</sup>,本文研究了测定锑矿及锑砷合金中砷锑的连续滴定方法。

## 1 试验部分

### 1.1 主要试剂

硫酸(1.84 g/mL);硝酸(1.42 g/mL);盐酸(1+1);甲基橙(1 g/L);锑标准溶液(2.00 g/L Sb);砷标准溶液(2.00 mg/L As);硫酸铈标准溶液(约3 g/L 硫酸铈);溴酸钾标准溶液(约3 g/L 溴酸钾)。

### 1.2 硫酸铈标准溶液的标定

准确吸取20 mL 锑标准溶液置于300 mL 三角烧瓶中,然后加入20 mL 浓硫酸,并加热至冒三氧化硫白烟时取下冷却,再加入50 mL 水和35 mL 盐酸,加热至沸腾时加入2~3滴甲基橙指示剂,取下稍微冷却,在60~80℃用硫酸铈标准溶液滴定,当溶液由红色转至淡黄色时即为终点,记录所消耗的硫酸铈标准溶液体积,求出硫酸铈对锑的滴定度 $T_1$ 。

### 1.3 溴酸钾标准溶液的标定

吸取20 mL 砷标准溶液置于300 mL 三角烧瓶

中,然后加入20 mL 浓硫酸,并加热至冒三氧化硫白烟时取下冷却,再加入50 mL 水和35 mL 盐酸,加热至60℃时加入2~3滴甲基橙指示剂,并立即用溴酸钾标准溶液滴定,当溶液由红色转至淡黄色时视为终点,记录所消耗的溴酸钾标准溶液的体积,求出溴酸钾对砷的滴定度 $T_2$ 。

### 1.4 合金中砷锑的连续滴定

将0.2~0.5 g 试样置于300 mL 三角烧瓶中,加入20 mL 浓硫酸,加热溶解至冒三氧化硫白烟。然后加入0.3 g 硫酸联铵,并加热至小气泡消失,取下冷却后加入50 mL 水和35 mL 盐酸,再加热至沸腾时,加入2~3滴甲基橙指示剂,取下冷却,在60~80℃用硫酸铈标准溶液滴定,溶液由红色转至淡黄色时视为终点,记录所消耗的硫酸铈标准溶液体积 $V_1$ 。随后再加热至60℃时取下,加入2~3滴甲基橙指示剂,并用溴酸钾标准溶液滴定,溶液由红色转至淡黄色时视为终点,记录所消耗的溴酸钾标准溶液体积 $V_2$ 。

### 1.5 矿石中砷锑的连续滴定

按1.4的方法测定矿样中的砷和锑。溶样时加入2 g 硫酸钾,并在冒烟时滴加硝酸以除碳,然后加入0.3g 硫酸联铵,煮沸至无小气泡。

### 1.6 计算公式

采用连续滴定法测定样品中的砷和锑,其计算公式为式(1)和式(2)。

收稿日期:2006-09-06

作者简介:王津(1974-),女,湖南衡阳人,工程师,学士。

$$w(\text{Sb}) = \frac{V_1 \cdot T_1}{m} \times 100\%, \quad (1)$$

$$w(\text{As}) = \frac{V_2 \cdot T_2}{m} \times 100\%. \quad (2)$$

式(1)和式(2)中,  $m$  为称样量, g.

## 2 结果与讨论

### 2.1 温度的影响

试验中发现, 滴定温度过高或过低均会影响终

点的观察. 温度过高, 指示剂易分解, 终点颜色不明显. 温度过低, 指示剂封闭, 测定结果偏高. 滴定锡时温度控制在  $60 \sim 80^\circ\text{C}$  较合适; 滴定砷时需先加热至  $60^\circ\text{C}$ , 再补加指示剂.

### 2.2 精密度试验

按照以上实验方法对铅锡氧化矿样品进行测定, 每个样品平行测定 7 次, 结果列于表 1. 由表 1 可知, 用本方法测定结果的重现性较好, 相对标准偏差小于 1.5%.

表 1 精密度试验结果  
Table 1 Result of the precision test

样品 编号	测定值		平均值		标准偏差		相对标准偏差	
	As	Sb	As	Sb	As	Sb	As	Sb
1	8.30, 8.30, 8.31, 8.33,	15.00, 15.20, 15.10, 14.80,	8.31	14.96	0.01	0.14	0.12	0.94
	8.29, 8.30, 8.31	14.90, 14.85, 14.90						
2	8.30, 8.33, 8.49, 8.32,	15.00, 15.26, 15.18, 14.82,	8.35	14.99	0.07	0.18	0.84	1.2
	8.33, 8.40, 8.29	14.80, 14.80, 15.10						

### 2.3 方法对比

用 3 种方法分别对铅锡氧化矿样品和铅锡合金样品中的砷和锡进行测定, 其中砷和锡的质量分数均大于 10% 的样品用容量法测定, 质量分数均小于

10% 的用 ICP-AES 法测定, 测定结果列于表 2 和表 3. 由表 2 和表 3 可知, 用连续滴定法测定的结果与容量法和 ICP-AES 法测定的结果相近.

表 2 矿石中砷和锡测定结果的对比  
Table 2 Result contrast of As and Sb in ore

样品	本法测定结果 $w/\%$		容量法和 ICP-AES 法测定结果 $w/\%$		
	As	Sb	As+Sb	As	Sb
1	8.30	15.00	23.25	8.45	14.80
2	8.30	15.80	23.99	8.33	15.66
3	8.40	15.30	23.67	8.49	15.18
4	8.99	14.79	23.88	9.06	14.82
5	8.90	14.90	23.90	9.10	14.80
6	8.90	14.80	23.60	8.80	14.80

表 3 合金中砷和锡测定结果的对比  
Table 3 Result contrast of As and Sb in alloy

样品	本法测定结果 $w/\%$		容量法和 ICP-AES 法测定结果 $w/\%$		
	As	Sb	As+Sb	As	Sb
1	1.67	12.30	14.10	1.60	12.50
2	1.60	12.60	14.13	1.60	12.53

### 3 结论

用本方法连续测定矿石和合金中砷锑的含量,操作简便,测定快速,相对标准偏差小于1.5%,适用于常规的矿石和合金中砷锑的测定。

#### 参考文献:

[1] 孙淑媛,孙龄高,殷齐西,等. 矿石及有色金属分析手册

[M]. 北京:冶金工业出版社,1990:85-87.

[2] 刘维里. 锑矿中砷的溴酸钾法测定[J]. 云南冶金, 1997,26(1),49-51.

[3] 曹淑红,邢晓平,陈景文. 玻璃澄清剂中砷和锑的联合测定[J]. 理化检验-化学分册,2004,40(12),738-739.

[4] 王维利,车广华,张英杰,等. 氧化还原滴定法测定污水中砷和锑[J]. 中国卫生检验杂志,2001,11(5):580.

## Continuous determination of Sb and As in ore and alloy by titration

WANG Jin, DAI Feng-ying

(Analytical & Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510650, China)

**Abstract:** The sample is decomposed with  $H_2SO_4$ , under a certain acidity and temperature, Sb can be determined by  $CeSO_4$  titration first, and As can be determined by  $KBrO_3$  titration. This method proved to be fast and precise. The relative standard deviation is less than 1.5%, this method of continuous titration is suitable for regular analysis in ore and alloy.

**Key words:** As; Sb;  $KBrO_3$ ;  $CeSO_4$ ; continuous titration