



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.32—94

钢铁及合金化学分析方法 次磷酸钠还原-碘量法测定砷量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The hypophosphite reduction-iodimetric method for
the determination of arsenic content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 次磷酸钠还原-碘量法测定砷量

GB/T 223.32—94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The hypophosphite reduction-iodimetric method for
the determination of arsenic content

代替 GB 223.32—84

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用次磷酸钠还原——碘量法测定砷量。

本标准适用于生铁、碳钢及合金钢中砷量的测定。测定范围：0.010%~3.00%。

2 方法提要

试样用氧化性酸溶解后，高氯酸冒烟驱除硝酸。在盐酸介质中，用氯化亚锡还原三价铁，以铜为催化剂，用次磷酸钠将砷还原为元素砷。在弱碱性介质中，用碘溶液将砷溶解，过量的碘用亚砷酸钠标准溶液回滴，计算砷的百分含量。

钨、铌、钛、钒、钼、锆等的干扰，可加入磷酸掩蔽；硒、碲的干扰在稀盐酸溶液中用硫酸肼和氯化亚锡还原沉淀分离。

3 试剂

3.1 次磷酸钠。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 盐酸(1+3)。

3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.6 王水。

3.7 盐酸-硝酸混合酸：盐酸(3.2)与硝酸(3.5)等体积混合。

3.8 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.9 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

3.10 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.11 硫酸(1+1)。

3.12 氯化亚锡溶液(40%)：40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 50 mL 盐酸(3.2)中，加热溶解至清亮，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.13 氯化亚锡溶液(10%)：10 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 10 mL 盐酸(3.2)中，加热溶解至清亮，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.14 氯化铜溶液(10%)：10 g 氯化铜溶于 50 mL 盐酸(3.2)中，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.15 次磷酸钠-盐酸洗液：5 g 次磷酸钠(3.1)溶于 1 000 mL 盐酸(3.4)中。

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施