



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.31—94

钢铁及合金化学分析方法 蒸馏分离-钼蓝分光光度法测定砷量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The distillation-molybdenum blue spectrophotometric
method for the determination of arsenic content

1994-01-17 发布

1994-10-01 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 蒸馏分离-钼蓝分光光度法测定砷量

GB/T 223.31—94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The distillation-molybdenum blue spectrophotometric
method for the determination of arsenic content

代替 GB 223.31—84

1 主题内容与适用范围

本标准规定了蒸馏分离-钼蓝分光光度法测定砷量。

本标准适用于纯铁、碳钢、合金钢、精密合金及高温合金中砷量的测定。测定范围：0.000 5%~0.10%。

2 方法提要

试样经酸溶解后，在硫酸及盐酸介质中，加硫酸肼和溴化钾，使砷以三氯化砷形式蒸出，蒸馏液以硝酸吸收，使砷(Ⅲ)氧化为砷(V)，用硫酸肼为还原剂，测量砷钼蓝的吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.2 盐酸-硝酸混合酸：盐酸(3.1)与硝酸(ρ 1.42 g/mL，优级纯)按(5+1)混合。

3.3 硝酸(1+1)，优级纯。用时配制。

3.4 硫酸(1+1)，优级纯。

3.5 硫酸： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=5\text{ mol/L}$ ，优级纯。

3.6 硫酸肼-溴化钾混合溶液：称取 2.5 g 硫酸肼、10 g 溴化钾溶于 100 mL 水中，过滤后备用。

3.7 钼酸铵(特纯)溶液(1%)。

3.8 硫酸肼溶液(0.06%)。

3.9 砷标准溶液

3.9.1 称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂)，置于 100 mL 烧杯中，慢慢加入 10 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，加热溶解，待全溶后，加入 2 mL 硫酸(3.5)，缓慢加热，并蒸发除去大部分硝酸后，移至高温处冒硫酸烟，取下稍冷，以水冲洗表皿及杯壁，再次加热冒烟，取下稍冷，加约 10 mL 水，加热溶解盐类，待全溶后取下，冷至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.200 mg 砷。

3.9.2 移取 25.00 mL 砷标准溶液(3.9.1)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 砷。

4 仪器

定砷蒸馏装置(见下图)。