



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.1—2008

代替 GB/T 3253.1—2001

GB/T 3254.2—1998

锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of antimony and antimony trioxide—
Determination of arsenic content—
Arsenic molybdenum blue spectrophotometric method

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 3253《锑及三氧化二锑化学分析方法》共有 11 个部分：

- GB/T 3253.1 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法
- GB/T 3253.2 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- GB/T 3253.3 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 3253.4 锑及三氧化二锑化学分析方法 硫量的测定
- GB/T 3253.5 锑及三氧化二锑化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 3253.6 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法
- GB/T 3253.7 锑及三氧化二锑化学分析方法 铋量的测定
- GB/T 3253.8 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定
- GB/T 3253.9 锑及三氧化二锑化学分析方法 镉量的测定
- GB/T 3253.10 锑及三氧化二锑化学分析方法 汞量的测定
- GB/T 3253.11 锑及三氧化二锑分析方法 铅、铜、铋、镉、铁、硒、铬、砷、汞、锡含量的测定

本部分为第 1 部分。

本部分代替 GB/T 3253.1—2001《锑化学分析方法 砷量的测定》、GB/T 3254.2—1998《三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定》。与 GB/T 3253.1—2001、GB/T 3254.2—1998 相比,本部分有如下变动：

- 测定下限从 0.005 0% 延伸到 0.002 0%；
- 补充了精密度与质量保证和控制条款；
- 对文本格式进行了修改。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由锡矿山闪星锑业有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由锡矿山闪星锑业有限责任公司起草。

本部分由湖南辰州矿业有限公司、湖南有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人：吴东华、宋应球、毛晓红。

本部分主要验证人：吴少波、庞文林、杨德利。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3253.1—1982, GB/T 3253.1—2001；
- GB/T 3254.2—1998。

锑及三氧化二锑化学分析方法

砷量的测定 砷钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了锑及三氧化二锑中砷量的测定方法。

本部分适用于锑及三氧化二锑中砷量的测定。测定范围:0.002 0%~0.60%。

2 方法提要

试料用硫酸溶解,在不低于 9 mol/L 的盐酸溶液中,用苯萃取三氯化砷,使其与基体及其他共存杂质分离。再用水反萃取砷并氧化成五价砷后,加钼酸铵和硫酸胂生成砷钼蓝,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。

3 试剂及材料

3.1 市售试剂

3.1.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.1.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.1.3 苯

3.2 溶液

3.2.1 硫酸(1+20)。

3.2.2 硫酸(1+1)。

3.2.3 亚硫酸(1+2)。

3.2.4 氢氧化钠溶液(300 g/L):贮存于塑料瓶中。

3.2.5 碘溶液(5 g/L):称取 0.5 g 碘、1 g 碘化钾于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 水溶解,用水稀释至 100 mL,贮存于棕色瓶中。

3.2.6 钼酸铵溶液(15 g/L):称取 1.5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 水溶液,加入 50 mL 硫酸(3.2.2),冷却后移入玻璃瓶中。用水稀释至 100 mL,混匀。

3.2.7 硫酸胂溶液(0.5 g/L)。

3.2.8 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。

3.3 标准溶液

3.3.1 砷标准贮存溶液

准确称取 0.132 0 g 基准三氧化二砷($\geq 99.9\%$,预先经 100℃~110℃烘干 2 h 后置于干燥器中冷却至室温),加入 20 mL 氢氧化钠溶液(50 g/L)溶解清亮,加入 100 mL 水、10 mL 硫酸(3.2.2),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。

3.3.2 砷标准溶液

移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.3.1)于 100 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

分光光度计。