



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,加钼酸铵和硫酸胍生成砷钼蓝,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 硫酸胍溶液(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。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

砷的质量分数/%	试料量/g	分取试液体积/mL
≤0.010	0.50	全量
>0.010~0.020	0.30	全量
>0.020~0.050	0.20	全量
>0.050~0.10	0.10	全量
>0.10~0.60	0.15	5.00

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 150 mL 锥形烧杯中,以少量水润湿,加入 8 mL 硫酸(3.1.1),置于电炉上加热,在保持溶液近沸的温度下溶解试样至清亮。取下冷却,加入 5 mL 水,冷却至室温。

5.3.2 取全量的试液:于试液(5.3.1)中加入 30 mL 盐酸(3.1.2),摇动溶解清亮,移入 125 mL 分液漏斗中,用 20 mL 盐酸(3.1.2)分次洗涤锥形烧杯,洗液并入分液漏斗中。

需要分取的试液:于试液(5.3.1)中加入 20 mL 盐酸(3.1.2),摇动溶解清亮,移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.1.2)分次洗涤锥形烧杯,洗液并入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,按表 1 分取试液于 125 mL 分液漏斗中,用盐酸(3.1.2)稀释至约 30 mL。

5.3.3 加入 30 mL 苯(3.1.3)于分液漏斗中,振荡萃取 1 min,静置分层。

5.3.4 将水相加入预先加有 15 mL 苯(3.1.3)的分液漏斗中,振荡萃取 1 min,静置分层,弃去水相。

5.3.5 将有机相合并于第一个分液漏斗中,用 5 mL 盐酸(3.1.2)淋洗,振荡 30 s,静置分层,弃去水相。再重复用 5 mL 盐酸(3.1.2)淋洗两次,静置分层,尽可能将水相分离干净。

5.3.6 加入 20 mL 水反萃取,振荡 30 s,静置分层,将水相移入 50 mL 容量瓶中,于有机相中再加入 15 mL 水,振荡 30 s,静置分层,将水相合并于容量瓶中。

5.3.7 加入 1 滴酚酞乙醇溶液(3.2.8),滴加氢氧化钠溶液(3.2.4)中和至红色,再滴加硫酸(3.2.1)至红色刚刚退去,加入碘溶液(3.2.5)至溶液呈黄色并过量 2 滴,混匀。静置 3 min。

5.3.8 加入亚硫酸(3.2.3)使黄色褪去,加入 2.0 mL 钼酸铵溶液(3.2.6),混匀。加入 2.0 mL 硫酸胍溶液(3.2.7),混匀。于沸水浴中加热 7 min,取出,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.9 移取部分试液于 3 cm 比色皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 砷标准溶液(3.3.2),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 30 mL 水,混匀。以下按 5.3.7~5.3.8 进行。

5.4.2 将部分试液于 3 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算砷的质量分数 $w(\text{As})$,数值以 % 表示:

$$w(\text{As}) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得的砷量，单位为微克(μg)；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升(mL)；

m_0 ——试料的质量，单位为克(g)。

当 $0.0020\% < w(\text{As}) \leq 0.010\%$ 时，所得结果表示至四位小数；当 $0.010\% < w(\text{As}) \leq 0.10\%$ 时所得结果表示至三位小数；当 $0.10\% < w(\text{As}) \leq 0.60\%$ 时所得结果表示至二位小数。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r)，超过重复性限(r)的情况不超过 5%，重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得：

表 2

$w(\text{As})/\%$	0.003 1	0.018	0.096	0.61
$r/\%$	0.000 4	0.002	0.005	0.02
注：重复性(r)为 $2.83 S_r$ ， S_r 为重复性标准差。				

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(I_R)，超过再现性限(I_R)的情况不超过 5%，再现性限(I_R)按表 3 数据采用线性内插法求得：

表 3

$w(\text{As})/\%$	0.003 1	0.018	0.096	0.61
$I_R/\%$	0.000 5	0.003	0.006	0.03
注：再现性(I_R)为 $2.83 S_R$ ， S_R 为再现性标准差。				

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时，也可用控制标样替代)，每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。