



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.31—2008/ISO 17058:2004
代替 GB/T 223.31—1994

钢铁及合金 砷含量的测定 蒸馏分离-钼蓝分光光度法

Iron, steel and alloy—Determination of arsenic content—
Distillation-molybdenum blue spectrophotometric method

(ISO 17058:2004, IDT)

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 223 的本部分等同采用 ISO 17058:2004《钢铁 砷含量的测定 分光光度法》。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本部分”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言;
- d) “规范性引用文件”中,被引用的国际文件或所引用的具体章条与国内文件完全一致的,用国内文件代替。

本部分代替 GB/T 223.31—1994《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》。

本部分与 GB/T 223.31—1994 相比较,主要做了以下修改:

- 还原剂由“20 mL 硫酸胂-溴化钾混合溶液”改为“2 g 硫酸胂-溴化钾混合物”,同时,减少了加入蒸馏瓶中酸的体积,缩短了蒸馏时间;
- 校准曲线由统一采用 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 砷标准溶液配制调整为对不同含量段的校准曲线采用不同浓度的砷标准溶液配制;
- 增加了 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 砷标准溶液。

本部分的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位:中国钢研科技集团公司。

本部分主要起草人:罗倩华、余定志、戈儒彬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 223.31—1984、GB/T 223.31—1994。

钢铁及合金 砷含量的测定

蒸馏分离-钼蓝分光光度法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 223 的本部分规定了用蒸馏分离-钼蓝分光光度法测定砷含量。

本部分适用于钢铁及合金中质量分数为 0.000 5%~0.10%砷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为 GB/T 223 的本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义(GB/T 6379.1—2004,ISO 5725-1:1994, IDT)

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004, ISO 5725-2:1994, IDT)

GB/T 20066—2006 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法(ISO 14284:1996, IDT)

ISO 385-1:1984 实验室玻璃仪器 滴定管 第1部分:基本要求

ISO 648:1977 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

ISO 1042:1998 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

ISO 3696:1987 分析实验室用水规格和试验方法

ISO 5725-3 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第3部分:标准测量方法精密度的中间度量

3 原理

将试料溶于盐酸、硝酸混合酸中,加入硫酸,继续加热至冒硫酸白烟。在硫酸及盐酸介质中,加硫酸肼及溴化钾使砷还原,并以 $AsCl_3$ 形式蒸馏分离。蒸馏液以硝酸吸收,并使 $As(III)$ 氧化为 $As(V)$ 。以硫酸肼为还原剂,砷与钼酸铵形成钼蓝络合物。在波长 840 nm 处进行分光光度测定。

4 试剂与材料

分析中,除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和 ISO 3696:1987 规定的三级水。

4.1 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。

4.2 硝酸, ρ 约 1.40 g/mL。

4.3 硝酸, ρ 约 1.40 g/mL, 稀释为 3+1。

4.4 混合酸:将一体积的硝酸(4.2)加入到四体积的盐酸(4.1)中。

4.5 硫酸, ρ 约 1.84 g/mL。

4.6 硫酸, ρ 约 1.84 g/mL, 稀释为 1+1。在水中冷却并不断搅拌的同时,将一定体积的硫酸(4.5)分