



中华人民共和国国家标准

GB/T 3253.1~3253.6—2001

锑化学分析方法

Methods for chemical analysis of antimony

2001-07-10 实施

2001-12-01 发布

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中华人民共和国国家标准

锑化学分析方法 砷量的测定

GB/T 3253.1--2001

代替 GB/T 3253.1-1982

Methods for chemical analysis of antimony— Determination of arsenic content

1 范围

本标准规定了锑中砷含量的测定方法。

本标准适用于锑中砷含量的测定。测定范围：0.005%~0.50%。

2 方法提要

试料用硫酸溶解，在不小于 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。

在分取试液中含铁、铜、铅各 1 mg，以及试样含硒量不大于 0.10% 时，不干扰测定。

3 试剂

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硫酸(1+20)。

3.4 盐酸(3+1)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 苯。

3.7 亚硫酸(1+2)。

3.8 氢氧化钠溶液(300 g/L)：贮存于塑料瓶中。

3.9 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，贮于棕色玻璃瓶中。

3.10 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 水溶解，加入 50 mL 硫酸(3.5)，冷却后移入玻璃瓶中。用水稀释至 100 mL，混匀。

3.11 硫酸胍溶液(0.5 g/L)。

3.12 酚酞乙醇溶液(1 g/L)。

3.13 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 预先经 100℃~110℃ 烘 2 h 置于干燥器中冷却至室温的三氧化二砷(基准试剂)，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(50 g/L)溶解清亮，加入 100 mL 水，加入 10 mL 硫酸(3.5)，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。

3.14 砷标准溶液：移取 20.00 mL 砷标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 砷。