



中华人民共和国国家标准

GB 7315.7—87

五氧化二钒化学分析方法 AgDDTC 分光光度法测定砷量

Methods for chemical analysis vanadium pentoxide—
The AgDDTC spectrophotometric method
for the determination of arsenic content

1987-02-27 发布

1988-01-01 实施

国家标准局 发布

五氧化二钒化学分析方法
AgDDTC分光光度法测定砷量

UDC 661.888.22
543.062

GB 7315.7-87

Methods for chemical analysis vanadium pentoxide—
The AgDDTC spectrophotometric method
for the determination of arsenic content

本标准适用于五氧化二钒中砷量的测定。测定范围：0.005~0.030%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硫酸溶解，在硫酸介质中，以氯化亚锡和碘化钾将砷酸还原为亚砷酸，再用金属锌将亚砷酸还原为砷化氢气体，用二乙基二硫代氨基甲酸银的三乙醇胺-三氯甲烷溶液吸收，使其显色。于分光光度计波长530nm处测量其吸光度。铁量小于50mg、铈量小于400 μ g、钨量小于0.5mg、钼量小于1.5mg均不干扰砷的测定。

2 试剂

2.1 锌粒（不含砷，直径为1~3mm）。

2.2 三乙醇胺。

2.3 三氯甲烷。

2.4 硫酸（1+1）。

2.5 乙酸铅脱脂棉：将脱脂棉浸入10%乙酸铅-0.5%（V/V）乙酸溶液中，取出挤干，自然风干后使用。

2.6 碘化钾溶液（30%）：称取30g碘化钾溶于水中，滴加4滴氢氧化钠溶液（10%），用水稀释至100ml，混匀，移入棕色瓶中。

2.7 氯化亚锡溶液（20%）：称取20g氯化亚锡（ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶于25ml盐酸（ ρ , 1.19g/ml）中，加热至清亮，冷却至室温，用水稀释至100ml，加入1g锡粒，贮于棕色瓶中，两周内有效。

2.8 砷化氢吸收液：称取2.00g二乙基二硫代氨基甲酸银（AgDDTC）置于预先盛有485ml三氯甲烷与15ml三乙醇胺的棕色瓶中，加塞摇动使之溶解，放置过夜后使用（AgDDTC在三氯甲烷中溶解较慢，如遇浑浊或仍有未溶解的AgDDTC，使用时应过滤）。此吸收液两周内有效。

2.9 砷标准溶液

2.9.1 称取0.1320g预先在105~110 $^{\circ}$ C烘2h并在干燥器内冷却至室温的纯三氧化二砷，置于100ml烧杯中，加入10ml氢氧化钠溶液（10%），微热溶解后，加入40ml水和1滴酚酞溶液（0.1%乙醇溶液），用硫酸（2.4）中和至溶液红色退去并过量2滴，冷却至室温，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100 μ g砷。

2.9.2 移取20.00ml砷标准溶液（2.9.1）于200ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10 μ g砷。