



中华人民共和国国家标准

GB/T 23274.3—2009

二氧化锡化学分析方法 第3部分：砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of stannic oxide—
Part 3: Determination of arsenic content—
Molybdoantimonyarsenate blue spectrophotometric method

2009-01-05 发布

2009-11-01 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 23274—2009《二氧化锡化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：二氧化锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铅、铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：硫酸盐的测定 目视比浊法；
- 第 7 部分：盐酸可溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：灼烧失重的测定 重量法。

本部分为第 3 部分。

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。

本部分由云南锡业集团有限责任公司负责起草。

本部分由柳州华锡集团有限责任公司、云南红河出入境检验检疫局参加起草。

本部分主要起草人：解惠芳、杨自华、林文霜、江寨伸、王丽仙、叶素娟。

二氧化锡化学分析方法

第3部分:砷量的测定

砷锑钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 23274 的本部分规定了二氧化锡中砷含量的测定。

本部分适用于二氧化锡中砷含量的测定,测定范围为 0.000 20%~0.050%。

2 方法提要

试料以水溶解,在稀硫酸介质中,用氯化亚锡、金属锌将砷还原为砷化氢气体,砷与锑、钼生成蓝色的砷锑钼蓝,于分光光度计波长 700 nm 处测量吸光度。

3 试剂与装置

试验用水均为一级蒸馏水。

3.1 无砷锌粒(ϕ 3 mm~ ϕ 7 mm)。

3.2 氯酸钾。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 硫酸(1+6)。

3.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.7 盐酸(1+1)。

3.8 酒石酸溶液(300 g/L)。

3.9 氯化亚锡溶液(400 g/L):称取 40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 200 mL 烧杯中,加 80 mL 盐酸(3.6),盖上表皿,微热使溶液完全清亮,冷至室温,以盐酸(3.7)稀释至 100 mL,混匀。

3.10 吸收液(2 g/L):称取 1 g 碘片和 5 g 碘化钾混匀后,用水溶解并稀释至 500 mL。

3.11 抗坏血酸溶液(30 g/L):现配现用。

3.12 钼酸铵溶液(40 g/L)。

3.13 酒石酸锑钾溶液(4.5 g/L)。

3.14 显色溶液:取 50 mL 硫酸(3.5)、25 mL 抗坏血酸溶液(3.11)、20 mL 钼酸铵溶液(3.12)、5 mL 酒石酸锑钾溶液(3.13)混匀。用时现配。

3.15 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂,预先在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 烘干到恒重),置于 150 mL 烧杯中,用 10 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)溶解,加 5 mL 硫酸(3.3),0.5 mL 过氧化氢(30%),加热煮沸 10 min,冷却至室温。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。

3.16 砷标准溶液:移取 25.00 mL 砷标准贮存溶液(3.15),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 砷。

3.17 砷化氢发生及吸收装置

砷化氢发生及吸收装置见图 1。