



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.6—2013
代替 GB/T 3260.6—2000

锡化学分析方法 第 6 部分：砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法

Methods for chemical analysis of tin—
Part 6: Determination of arsenic contents—
Malachite green arsenic molybdenum heteropoly acid photometric method

2013-12-17 发布

2014-09-01 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 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 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：砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 6 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分是对 GB/T 3260.6—2000《锡化学分析方法 砷量的测定》的修订，本部分与 GB/T 3260.6—2000 相比，主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 增加了重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位：云南锡业集团有限责任公司。

本部分参加起草单位：广西华锡集团股份有限公司、大冶有色金属设计研究院、湖南郴州云湘矿冶有限责任公司。

本部分主要起草人：杨俊、殷刚、黄小美、陈兰、李玉琴、吴有成、韦珍艳、冷腊春、李志红、谭勇、肖跃勇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3260.6—1982；
- GB/T 3260.6—2000。

锡化学分析方法

第 6 部分：砷量的测定

孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法

1 范围

GB/T 3260 的本部分规定了锡中砷量的孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度测定方法。

本部分适用于锡中砷量的测定。测定范围为 0.000 20%~0.120%。

2 方法提要

试料用硫酸、过氧化氢溶解。在硫酸介质中,用锌粒将砷还原为砷化氢气体与基体分离,逸出气体用碘液吸收。在 $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.7 \text{ mol/L} \sim 0.9 \text{ mol/L}$ 的硫酸酸度下,聚乙烯醇存在下,砷钼杂多酸与孔雀绿形成绿色离子缔合物,于分光光度计波长 635 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 无砷锌粒($\phi 3 \text{ mm} \sim \phi 7 \text{ mm}$)。

3.2 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

3.3 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.4 过氧化氢(30%)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硫酸(3+17)。

3.7 盐酸(1+1)。

3.8 盐酸(1+99)。

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,加约 80 mL 盐酸(3.7),盖上表皿,微热使溶液完全清亮,冷却至室温,再以盐酸(3.7)稀释至 100 mL,混匀。

3.10 酒石酸[L(+)-酒石酸]溶液(300 g/L)。

3.11 碘吸收液(2 g/L):称取 2 g 碘及 4 g 碘化钾于烧杯中,加少许水溶解,再用水稀释至 1 L,混匀。

3.12 亚硫酸钠溶液(100 g/L)。现用现配。

3.13 钼酸铵溶液(15 g/L):准确称取 7.5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 400 mL 烧杯中加水微热溶解,冷却后以水稀释至 500 mL,移入塑料瓶中,混匀。

3.14 钼酸铵-硫酸混合液:量取等体积的钼酸铵溶液(3.13)与硫酸(3.6)于塑料瓶中,混匀,现用现配。

3.15 聚乙烯醇(PVA-124,聚合度 2 400~2 500)溶液(10 g/L)。用棉花干过滤后使用。

3.16 孔雀石绿(生物染色素 B.S,分子式: $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{ClN}_2$,分子量:364.90)溶液(1.5 g/L):称取 0.300 g 孔雀石绿于 80 mL 乙醇(1+1)中溶解,以水稀释至 200 mL,混匀。用棉花干过滤后使用。