



中华人民共和国国家标准

GB/T 23278.3—2009

锡酸钠化学分析方法 第3部分：砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of sodium stannate—
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 23278《锡酸钠化学分析方法》共分为 8 个部分：

- 第 1 部分：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：铅量的测定 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：游离碱的测定 中和滴定法；
- 第 7 部分：碱不溶物的测定 重量法；
- 第 8 部分：硝酸盐含量的测定 离子选择电极法。

本部分为 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。

本标准由柳州华锡集团公司、云南红河州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、叶素娟、江寨伸、王丽仙。

锡酸钠化学分析方法

第3部分：砷量的测定

砷锑钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 23278 的本部分规定了锡酸钠中砷含量的测定。

本部分适用于锡酸钠中砷含量的测定,测定范围为 0.000 2%~0.005%。

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,用碘-碘化钾溶液吸收,砷与锑、钼生成蓝色的锑钼蓝,于分光光度计波长 700 nm 处测量吸光度。

3 试剂与装置

试验用水均为三级蒸馏水。

- 3.1 无砷锌粒(ϕ 3 mm~ ϕ 7 mm)。
- 3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.3 硫酸(1+1)。
- 3.4 硫酸(1+6)。
- 3.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.6 盐酸(1+1)。
- 3.7 酒石酸溶液(300 g/L)。
- 3.8 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(3.5),盖上表皿,微热使溶液完全清亮,冷至室温,以盐酸(3.6)稀释至 100 mL,混匀。
- 3.9 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。
- 3.10 抗坏血酸溶液(30 g/L):现配现用。
- 3.11 钼酸铵溶液(40 g/L)。
- 3.12 酒石酸锑钾溶液(4.5 g/L)。
- 3.13 显色溶液:取 50 mL 硫酸(3.4),25 mL 抗坏血酸溶液(3.10),20 mL 钼酸铵溶液(3.11),5 mL 酒石酸锑钾溶液(3.12)混匀。用时现配。
- 3.14 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(预先在 105 °C \pm 5 °C 烘干到恒重,基准试剂)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 μ g 砷。
- 3.15 砷标准溶液:移取 25.00 mL 砷标准贮存溶液,置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 砷。
- 3.16 砷化氢发生及吸收装置(见图 1)。