

# 中华人民共和国国家标准

## 钢铁及合金化学分析方法 蒸馏分离-钼蓝分光光度法测定砷量

GB/T 223.31—94

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy  
The distillation-molybdenum blue spectrophotometric  
method for the determination of arsenic content

代替 GB 223.31—84

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了蒸馏分离-钼蓝分光光度法测定砷量。

本标准适用于纯铁、碳钢、合金钢、精密合金及高温合金中砷量的测定。测定范围：0.000 5%~0.10%。

### 2 方法提要

试样经酸溶解后，在硫酸及盐酸介质中，加硫酸肼和溴化钾，使砷以三氯化砷形式蒸出，蒸馏液以硝酸吸收，使砷(Ⅲ)氧化为砷(Ⅴ)，用硫酸肼为还原剂，测量砷钼蓝的吸光度。

### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.2 盐酸-硝酸混合酸：盐酸(3.1)与硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL，优级纯)按(5+1)混合。

3.3 硝酸(1+1)，优级纯。用时配制。

3.4 硫酸(1+1)，优级纯。

3.5 硫酸： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=5\text{ mol/L}$ ，优级纯。

3.6 硫酸肼-溴化钾混合溶液：称取 2.5 g 硫酸肼、10 g 溴化钾溶于 100 mL 水中，过滤后备用。

3.7 钼酸铵(特纯)溶液(1%)。

3.8 硫酸肼溶液(0.06%)。

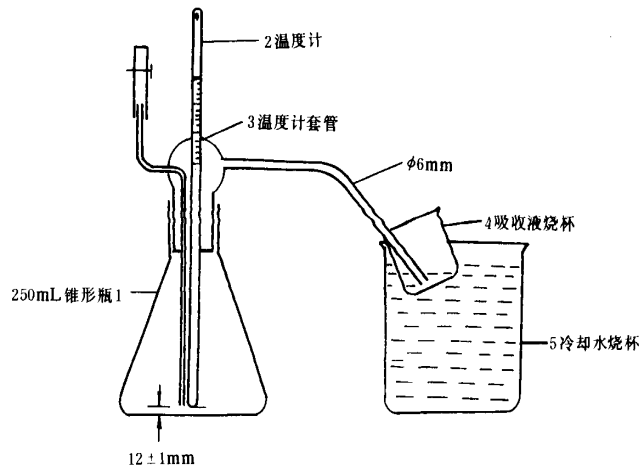
3.9 砷标准溶液

3.9.1 称取 0.132 0 g 三氧化二砷(基准试剂)，置于 100 mL 烧杯中，慢慢加入 10 mL 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)，加热溶解，待全溶后，加入 2 mL 硫酸(3.5)，缓慢加热，并蒸发除去大部分硝酸后，移至高温处冒硫酸烟，取下稍冷，以水冲洗表皿及杯壁，再次加热冒烟，取下稍冷，加约 10 mL 水，加热溶解盐类，待全溶后取下，冷至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.200 mg 砷。

3.9.2 移取 25.00 mL 砷标准溶液(3.9.1)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  砷。

### 4 仪器

定砷蒸馏装置(见下图)。



定砷蒸馏装置图

1—250 mL 锥形瓶；2—温度计；3—温度计套管；4—吸收液烧杯；5—冷却水烧杯

## 5 分析步骤

### 5.1 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

含砷量, %	试样量, g
0.000 5~0.003 0	1.000
>0.003 0~0.006 0	0.500 0
>0.006 0~0.100	0.100 0

### 5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

### 5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 10~20 mL 盐酸-硝酸混合酸(3.2),缓慢加热使试样完全溶解,冷却,加入 20 mL 硫酸(3.4),于电热板上缓慢蒸发除去大部分硝酸后,移至高温处冒硫酸浓烟取下,冷却。

5.3.2 将处理好的试液,移入蒸馏瓶中,用约 10 mL 水冲洗表皿及杯壁并入蒸馏瓶中(杯壁有硫酸盐时,可适当加热溶解),用冷水冷却后,加入 20 mL 盐酸(3.1)、20 mL 硫酸肼-溴化钾混合溶液(3.6),混匀。按图连接好蒸馏装置。于低温电炉上加热蒸馏,蒸馏液用 20 mL 硝酸(3.3)吸收(吸收液烧杯置于冷却水烧杯中)。当温度达到 112~114℃时,蒸馏约 20 min 后,升温至 125℃时停止加热,取下蒸馏瓶,用水冲洗出气管下端,洗涤液并入吸收液烧杯中,加入 3.5 mL 硫酸(3.5),混匀,在低温电热板上蒸发(蒸

发时溶液不应起泡),除去大部分硝酸再移至高温处,加热至冒硫酸白烟,取下稍冷,用水冲洗表皿及杯壁,再次蒸发至冒硫酸白烟,取下,稍冷。用水冲洗表皿,将溶液移入 50 mL 容量瓶中。

5.3.3 加入 2.5 mL 钼酸铵溶液(3.7)、2.5 mL 硫酸肼溶液(3.8),用水稀释至刻度,混匀。于沸水浴中加热 10 min,取出,流水冷却至室温,将部分溶液移入 3 cm(或 1 cm)吸收皿中,以水为参比,在分光光度计上,于波长 840 nm 处测量其吸光度,减去空白试验的吸光度值,从工作曲线上查出显色液中相应的砷量。

#### 5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 称取 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00 mL 砷标准溶液(3.9.2),分别置于 7 个 50 mL 容量瓶中,用水冲洗瓶口,各加入 2.5 mL 硫酸(3.5),以下按 5.3.3 进行至测量其吸光度。分别减去试剂空白溶液的吸光度值,以砷量为横坐标,吸光度值为纵坐标绘制工作曲线。

5.4.2 移取 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 砷标准溶液(3.9.2),分别置于 6 个 50 mL 容量瓶中,用水冲洗瓶口,各加入 2.5 mL 硫酸(3.5),以下按 5.3.3 进行至测量其吸光度。分别减去试剂空白溶液的吸光度值,以砷量为横坐标,吸光度值为纵坐标绘制工作曲线。

### 6 分析结果的计算

按下式计算砷的百分含量:

$$A_s(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得显色液中的砷量, g;

$m$ ——试样量, g。

### 7 精密度

本标准的精密度是 1990 年选择 6 个水平由 6 个实验室共同实验结果确定的,精密度见表 2。

表 2

测定范围 %(m/m)	重复性 $r$	再现性 $R$
0.000 68~0.078	$r = -0.000 001 494 + 0.097 06 m$	$R = 0.000 015 79 + 0.147 5 m$

如果两个独立测试结果之间的差值超过表列精密度函数式计算出的重复性或再现性数值,则认为这两个结果是可疑的。

**附录 A**  
**精密度试验原始数据**  
(补充件)

数据 实验室	水平	1	2	3	4	5	6
	1		0.000 75	0.006 0	0.006 7	0.008 5	0.010 0
1		0.000 75	0.006 0	0.006 7	0.008 6	0.008 8	0.076 0
		0.000 75	0.006 1	0.006 8	0.008 6	0.008 6	0.073 2
		0.000 68	0.006 4	0.006 5	0.008 0	0.008 6	0.079 2
2		0.000 66	0.006 6	0.006 1	0.008 7	0.008 8	0.080 8
		0.000 62	0.006 5	0.007 0	0.008 5	0.008 7	0.078 0
		0.000 65	0.006 0	0.005 5	0.007 0	0.009 5	0.080 0
3		0.000 68	0.006 0	0.006 7	0.008 3	0.008 7	0.086 0
		—	0.006 2	0.006 2	0.008 3	0.009 2	0.075 0
		0.000 65	0.006 5	0.006 8	0.009 2	0.008 5	0.074 8
4		0.000 57	0.006 1	0.007 1	0.008 7	0.008 9	0.074 6
		0.000 78	0.006 3	0.006 7	0.008 8	0.008 9	0.074 3
		0.000 71	0.006 8	0.006 6	0.009 0	0.008 9	0.087 0
5		0.000 67	0.006 7	0.006 7	0.009 2	0.009 2	0.088 0
		0.000 68	0.006 5	0.006 5	0.008 9	0.009 2	0.084 3
		0.000 65	0.006 2	0.006 6	0.008 6	0.009 2	0.078 0
6		0.000 70	0.006 5	0.006 2	0.008 7	0.009 5	0.078 0
		0.000 67	0.006 4	0.006 7	0.008 7	0.009 2	0.076 5

**附加说明:**

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人戈儒彬。

本标准水平等级标记 GB/T 223.31—94 I