

ICS 77.120.99  
H 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.6—2000

---

## 锡化学分析方法 砷量的测定

Methods for chemical analysis of tin—  
Determination of arsenic content

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

---

国家质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准是对 GB/T 3260.6—1982《锡化学分析方法 亚铁邻菲罗啉间接光度法测定砷》的修订。

本标准遵守：

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起，代替 GB/T 3260.6—1982。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由云南锡业公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业股份有限公司冶炼分公司起草。

本标准方法主要起草人：殷刚、杨俊、李志红。

## 1 范围

本标准规定了锡中砷含量的测定方法。

本标准适用于锡中砷含量的测定。测定范围：0.000 20%~0.12%。

## 2 方法提要

试料用硫酸、过氧化氢分解。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  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.7\sim 0.9\text{ mol/L}$  的硫酸酸度下，以聚乙烯醇作稳定剂，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

3.1 无砷锌粒( $\phi 3\sim 7\text{ mm}$ )。

3.2 硫酸( $\rho 1.84\text{ g/mL}$ )。

3.3 过氧化氢(30%)。

3.4 硫酸(1+1)。

3.5 硫酸 15.0%(V/V)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 盐酸(1+99)。

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，加约 80 mL 盐酸(3.6)，盖上表皿，微热使溶液完全清亮，冷却至室温，再以盐酸(3.6)稀释至 100 mL，混匀。

3.9 酒石酸溶液(300 g/L)。

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

3.11 亚硫酸钠溶液(100 g/L)：称取 1 g 无水亚硫酸钠于 10 mL 水中溶解，移入滴瓶中(当日配制)。

3.12 钼酸铵溶液(15 g/L)：准确称取 7.50 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。

3.13 钼酸铵-硫酸混合液：准确量取等体积的钼酸铵溶液(3.12)与硫酸(3.5)于塑料瓶中，混匀(当日配制)。

3.14 聚乙烯醇(PVA-124，聚合度 2 400~2 500)溶液(10 g/L)：称取 1 g 聚乙烯醇于烧杯中，加 100 mL 水，加热溶解，冷却后用水稀释至 100 mL，混匀。用漏斗加棉花干过滤后使用。

3.15 孔雀石绿(生物染色剂 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。用漏斗加棉花干过滤后使用。

3.16 砷标准贮存溶液：称取 0.132 0 g 预先在 105℃ 烘干至恒重的三氧化二砷(基准试剂)于 100 mL