



# 中华人民共和国国家标准

GB 4702.8—85

---

## 金属铬化学分析方法 蒸馏-钼蓝分光光度法测定砷量

Methods for chemical analysis of chromium metal—  
The distillation-molybdenum blue spectrophotometric  
method for the determination of arsenic content

1985-04-15 发布

1986-01-01 实施

---

国家标准局 批准

金属铬化学分析方法  
蒸馏-钼蓝分光光度法测定砷量

UDC 669.26 : 543  
.42 : 546.19

GB 4702.8—85

Methods for chemical analysis of chromium metal—  
The distillation-molybdenum blue spectrophotometric  
method for the determination of arsenic content

本标准适用于金属铬中砷量的测定。测定范围：0.0005~0.0020%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

## 1 方法提要

试样用盐酸溶解，砷以三氯化砷的形式用蒸馏法分离并使其形成砷钼酸。然后在高氯酸介质中，用硫酸肼使其还原成蓝色的络合物，于分光光度计波长840nm处测量其吸光度。

## 2 试剂

2.1 溴化钾，优级纯。

2.2 硫酸肼，优级纯。

2.3 盐酸（1+2）。

2.4 盐酸（比重1.19），优级纯。

2.5 硝酸（2+3），优级纯。

2.6 高氯酸（比重1.51），优级纯。

2.7 硫酸（1+1），优级纯。

2.8 氢氧化钠溶液（5%）。

2.9 硫酸肼溶液（0.15%）。

2.10 钼酸铵：称取250g钼酸铵，溶于400ml 80℃的热水中。溶液经致密滤纸过滤，冷却后，加入300ml乙醇，搅拌并放置1h。在真空条件下，用抽滤漏斗内的中等滤纸过滤，用乙醇将沉淀洗涤3~4次，在空气中干燥。

2.11 高氯酸-钼酸铵混合溶液：称取5g钼酸铵（2.10）溶于100ml热水中，冷却。于另一1000ml烧杯中，加入500ml水、230ml高氯酸（2.6），搅拌。边搅拌边缓慢地倒入钼酸铵溶液，将溶液移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.12 氯水：使用时，直接通氯气饱和水制备。

2.13 砷标准溶液

2.13.1 称取0.1320g三氧化二砷，溶于5ml氢氧化钠溶液（2.8）中，用水稀释至200ml，加入硫酸（2.7）中和至石蕊试纸呈酸性反应。将溶液移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg砷。

2.13.2 移取50.00ml砷标准溶液（2.13.1）于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.01mg砷。