

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 239.5—2010

---

## 三硫化二锑化学分析方法 第 5 部分：砷量的测定 砷钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of antimony trisulfide—  
Part 5: Determination of arsenic content—  
Arsenic molybdenum blue spectrophotometric method

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

---

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
三硫化二锑化学分析方法  
第5部分:砷量的测定  
砷钼蓝分光光度法  
YS/T 239.5—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

\*

书号:155066·2-21495

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533

## 前 言

YS/T 239《三硫化二锡化学分析方法》共有 7 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 2 部分：化合硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 3 部分：游离硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第 4 部分：王水不溶物的测定 重量法；
- 第 5 部分：砷量的测定 砷钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 7 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 5 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分为新增部分。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位：锡矿山闪星锡业有限责任公司。

本部分起草单位：锡矿山闪星锡业有限责任公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、山东阳谷祥光铜业股份有限公司、湖南辰州矿业股份有限公司。

本部分主要起草人：吴东华、宋应球、赵再英、张威、王建玲、叶芳芳。

# 三硫化二锑化学分析方法

## 第5部分:砷量的测定

### 砷钼蓝分光光度法

#### 1 范围

YS/T 239 的本部分规定了三硫化二锑中砷量的测定方法。

本部分适用于三硫化二锑中砷量的测定。测定范围:砷的质量分数 0.010%~0.25%。

#### 2 方法提要

试料用硫酸溶解,在不低于 9 mol/L 的盐酸溶液中,用苯萃取三氯化砷,使其与基体及其他共存杂质分离。再用水反萃取砷并氧化成五价砷后,加钼酸铵和硫酸胍生成砷钼蓝,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。

#### 3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂和水均指确认的分析纯试剂和三级水。

- 3.1 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。
- 3.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。
- 3.3 苯。
- 3.4 硫酸(1+20)。
- 3.5 硫酸(1+1)。
- 3.6 亚硫酸(1+2)。
- 3.7 氢氧化钠溶液(300 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.8 氢氧化钠溶液(50 g/L):贮存于塑料瓶中。
- 3.9 碘溶液(5 g/L):称取 0.5 g 碘、1 g 碘化钾于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 水溶解,用水稀释至 100 mL,贮存于棕色瓶中。
- 3.10 钼酸铵溶液(15 g/L):称取 1.5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 水,加入 50 mL 硫酸(3.5),冷却后移入玻璃瓶中。用水稀释至 100 mL,混匀。
- 3.11 硫酸胍溶液(0.5 g/L)。
- 3.12 酚酞指示剂(1 g/L 乙醇溶液)。
- 3.13 砷标准贮存溶液

称取 0.132 0 g 三氧化二砷( $w_{\text{As}_2\text{O}_3} \geq 99.9\%$ ,预先经 100 °C~110 °C 烘 2 h 置于干燥器中冷却至室温),加入 20 mL 氢氧化钠溶液(3.8)溶解清亮,加入 100 mL 水、10 mL 硫酸(3.5),移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 100  $\mu\text{g}$ 。

#### 3.14 砷标准溶液

移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.13)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 10  $\mu\text{g}$ 。