 24\

**202×-××-××实施**

**202××-××发布**

三氧化二砷

Arsenic trioxide

（送审稿）

GB/T 26721-202**×**

 代替GB 26721-2011

中华人民共和国国家标准

ICS 77.150.99

CCS H01

/

发布

**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**

前言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。本文件代替GB 26721-2011《三氧化二砷》，与GB 26721-2011相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a)更改了三氧化二砷化学成分指标（见5.1，2011年版的3.2）；

b)物理性能和外观质量合并为外观质量（见5.2，2011年版的3.3和3.4）；

c)更改了三氧化二砷白度等级标准（见5.2，2011年版的3.3）；

d)更改了三氧化二砷随行文件（见8.3，2011年版的6.3）；

e)更改了三氧化二砷订货单内容（见第9章，2011年版的第7章）；

f)更改了附录A.6内容（见附录A.6，2011年版的附录A.6）；

g)更改了附录A.7内容（见附录A.7，2011年版的附录A.7）；

h)增加了附录B锑含量的测定（见附录B）；

i)增加了附录B锑含量测量范围（见附录B.1）；

j)增加了附录B.3.1试剂锑标准液制作方法（见附录B.3.1.6和B.3.1.7）；

k)增加了附录B.3.1试剂标准溶液锑浓度（见附录B.3.1）；

l)增加了附录B.4.1.2 锑元素分析线波长数据（见附录B.4.1.2）；

m)更改了附录B.7内容（见附录B.7，2011年版的附录B.7）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件起草单位：江西铜业股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、国投金城冶金有限责任公司、云南锡业股份有限公司、铜陵有色金属集团股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、中原黄金冶炼厂有限责任公司。

本文件主要起草人：×××、×××、×××、×××。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2011年首次发布为GB 26721-2011；

——本次为第一次修订。

三氧化二砷

警告：三氧化二砷是剧毒品。本文件规定的一些检验、试验过程可能导致危险情况，使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件规定了三氧化二砷的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和随行文件以及订货单内容。

本文件适用于湿法、火法工艺生产的三氧化二砷，该产品主要用于防腐剂、农药、玻璃工业以及陶瓷、染织、颜料、医药、制革、焰火等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 1605 商品农药采样方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 13690 化学品分类和危险性公示 通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 产品分类

三氧化二砷按化学成分分为三个牌号：As2O3-1、As2O3-2、As2O3-3。

5 技术要求

5.1 化学成分

三氧化二砷的化学成分应符合表1的规定。

表1 三氧化二砷化学成分（%）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | As₂O₃-1 | As₂O₃-2 | As₂O₃-3 |
| 化学成分 | As₂O₃不小于 | 99.5 | 98.0 | 95.0 |
| 杂质含量不大于 | Cu | 0.005 | — | — |
| Zn | 0.001 | — | — |
| Fe | 0.002 | — | — |
| Pb | 0.001 | — | — |
| Bi | 0.01 | — | — |
| Sb | 0.20 | — | — |
| 注：表1中未列杂质元素的要求由供需双方商定。 |

5.2 外观质量

三氧化二砷为白色或灰白色粉末或颗粒，粒度及其他成分要求，由供需双方商定。白度应符合表2的规定。

表2 三氧化二砷白度

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | As₂O₃-1 | As₂O₃-2 | As₂O₃-3 |
| 白度 不小于 | 60 | 40 | — |

6 试验方法

6.1 三氧化二砷化学成分仲裁分析方法由供需双方商定，也可参照附录A、附录B进行检测。

6.2 三氧化二砷白度测定按附录C的规定进行，水分、粒度的测定由供需双方商定。

6.3 三氧化二砷外观质量通过使用目视法检测。

7 检验规则

7.1 检查和验收

7.1.1 三氧化二砷应由供方或第三方质量监督部门进行检验，保证产品质量符合本文件的规定，并填写随行文件。

7.1.2 需方应对收到的产品进行检验，如检验结果与本文件规定或订货单要求不符时，应在收到产品之日起90天内向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样在需方由供需双方共同进行。

7.2 组批

产品应成批提交检验，每批应由同一批投料、同一生产周期生产的相同牌号的产品组成。

7.3 检验项目

每批三氧化二砷应进行化学成分、白度和外观质量的检验，需方有要求时，可进行白度、水分、粒度的测定。

7.4 取样和制样

7.4.1 取样方法按 GB/T 1605的规定进行。

7.4.2 制样方法：样品按四分法缩分至80g，装入闭光、干燥、密闭容器中，保存备用。

7.5 检验结果判定

7.5.1 检验结果的数值修约和判定按 GB/T 8170的规定进行。

7.5.2 化学成分的检验结果与本文件或订货单要求不符时，按批判不合格。

7.5.3 外观质量的测定结果与本文件或订货单要求不符时，按桶判不合格。

8 标志、包装、运输、贮存和随行文件

三氧化二砷的标志、包装、运输、贮存和随行文件应符合GB 190、GB 13690的规定。

8.1 标志

8.1.1 本产品在包装桶外应有“ ”标志。

8.1.2 每桶包装应注明：供方名称、地址；产品名称和牌号；批号与重量；本文件编号。

8.2 包装、运输、贮存

8.2.1 三氧化二砷装于内衬不易脱落有防腐涂料或有塑料包装的密封铁桶中，每桶净重可为25kg、50kg、100kg、200kg、250kg。有特殊要求时，供需双方商定。

8.2.2 三氧化二砷的运输、贮存必须具备清洁、防潮、防腐、防破损等安全条件，不得接触其他污染物，避免产品外泄、污染。

8.3 随行文件

每批三氧化二砷应附随行文件，注明：

a)供方名称和商标、地址、电话或传真；

b)产品名称和牌号；

c)批号；

d)净重和件数；

e)分析检验结果和质量监督部门印记；

f)本文件编号；

g)出厂日期。

9 订货单内容

需方可根据自身的需要，在订购本文件所列产品的订货单内，列出如下内容：

a)产品名称；

b)牌号；

c)化学成分和外观质量等特殊要求；

d)净重和件数；

e)本文件编号；

f)其他。

附录A

（资料性附录）

三氧化二砷含量的测定 碘量法

A.1 方法摘要

在氢氧化钠微碱性溶液中，以淀粉为指示剂，碘标准滴定溶液滴定As(Ⅲ)至As(V)。



A.2 试剂或材料

A.2.1 碘化钾

A.2.2 氢氧化钠溶液(100 g/L)

A.2.3 碳酸氢钠饱和溶液

A.2.4 硫酸(0.5 mol/L)

A.2.5 硫酸(1+9)

A.2.6 酚酞乙醇溶液(10 g/L)

A.2.7 淀粉溶液(5 g/L)

A.2.8 碘标准滴定溶液[c(I2)=0.062 mol/L]

按以下步骤进行配置和标定：

a)配制：称取16 g碘片(I2),置于400 mL烧杯中，与50 g碘化钾混合，加300 mL水溶解，过滤于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。放置两周后标定。

b)标定：称取0.3 g(精确至0.0001 g)三氧化二砷(优级纯，含As2O3＞99.8 %)三份。以下按 A.4.2.3与试料测定同时进行。按式（A.2）计算碘标准滴定溶液的实际浓度：



式中：

*m*——三氧化二砷的质量，单位为克(g)

*ω*——三氧化二砷基准物质中三氧化二砷的质量分数，用百分数表示(%)

*V*1——标定时滴定三氧化二砷溶液消耗碘标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)

0.0989——与1.00 mL碘标准滴定溶液[c(I2)=1.00 mol/L]相当的氧化砷的质量，单位为克每摩尔(g/mol)

平行标定三份，测定值的相对误差不大于0.2 %时，取其平均值，否则重新标定。

碘标准滴定溶液实际浓度[c(I2)]应介于（0.062～0.063）mol/L，否则调整后再重新标定。

A.3 仪器

滴定管(50 mL) 见 图A.1（单位为毫米）。



图A.1 滴定管示意图

A.4 分析步骤

A.4.1 试料

按表A.1称取试样，精确至0.0001 g。独立地进行两次测定，取其平均值。

表A.1 试料称取量

|  |  |
| --- | --- |
| 三氧化二砷含量/% | 试料量/g |
| 94.00～97.00 | 0.305 |
| >97.00～99.70 | 0.300 |

A.4.2 分析步骤

A.4.2.1 将试料(A.4.1)置于500 mL三角烧杯中，加入氢氧化钠溶液，低温加热溶解至清亮，用水吹洗杯壁，冷却至室温。

A.4.2.2 滴加酚酞乙醇溶液，先用硫酸(A.2.4)中和至溶液呈淡红色，再用硫酸(A.2.5)中和至红色消失。

A.4.2.3 加入20 mL碳酸氢钠饱和溶液、2 mL淀粉溶液，混匀。用碘标准滴定溶液滴定至淡蓝色即为终点。

A.4.2.4 根据以上结果减去Sb含量（分析方法见附录B）。

A.5 分析结果的计算

按式(A.3)计算三氧化二砷的含量，以质量分数$ω\_{As\_{2}O\_{3}}$计，数值以%表示：

 

式中：

*c* —碘标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)

*V*2 —测定时滴定试料溶液消耗碘标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)

*m*0 —试料的质量，单位为克(g)

0.0989 —与1.00 mL碘标准滴定溶液[c(I2)=1.00 mol/L]相当的三氧化二砷的质量，单位为克每摩尔（g/mol）

*ω*Sb —试样中含锑的质量分数，单位为%

0.8125 —锑换算为三氧化二砷的系数

所得结果表示至二位小数。

A.6 精密度

A.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5 %，重复性限（*r*）按表A.2数据采用线性内插法求得或外延法求得。

表A.2 重复性限（*r*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| As2O3的质量分数/% | 94.31 | 95.68 | 98.20 | 99.62 |
| *r*/% | 0.19 | 0.24 | 0.36 | 0.40 |

A.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表A.3数据采用线性内插法求得或外延法求得。

表A.3 再现性限（*R*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| As2O3的质量分数/% | 94.31 | 95.68 | 98.20 | 99.62 |
| *R*/% | 0.23 | 0.29 | 0.44 | 0.49 |

附录B

（资料性附录）

三氧化二砷中铜、铅、锌、铁、铋、锑含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

B.1 方法提要

试料以盐酸和硝酸溶解，在酸性介质中，用ICP-AES法同时直接测定三氧化二砷中铜、铅、锌、铁、铋、锑元素的含量。砷对被测元素不产生背景及谱线干扰。测定范围见表B.1。

表B.1 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% | 元素 | 测定范围/% |
| Cu | 0.0010~0.010 | Fe | 0.0010~0.010 |
| Pb | 0.0010~0.010 | Bi | 0.01~0.10 |
| Zn | 0.0010~0.010 | Sb | 0.010~1.00 |

B.2 试剂或材料

B.2.1 试剂

B.2.1.1 盐酸(1+1)

B.2.1.2 硝酸(1+1)

B.2.1.3 铜、铅、锌、铁、铋标准贮存溶液，分别称取0.5000 g铜(≥99.99 %)，0.5000 g铅(≥99.99 %)，0.5000 g锌(≥99.99 %)，0.5000 g铁(≥99.99 %)，5.0000 g铋(≥99.99 %)(均为优级纯)，置于400 mL烧杯中，盖上表面皿，分数次加入50 mL硝酸(B.2.1.2)低温溶解完全，冷却至室温。移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含铜、铅、锌、铁各1 mg,含铋10 mg。

B.2.1.4 铜、铅、锌、铁、铋混合标准溶液A：移取10.00 mL铜、铅、锌、铁、铋标准贮存溶液(B.2.1.3)于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（B.2.1.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含100 μg铜、100 μg铅、100 μg锌、100 μg铁、1000 μg铋。

B.2.1.5 铜、铅、锌、铁、铋混合标准溶液B：移取10.00 mL铜、铅、锌、铁、铋混合标准溶液(B.2.1.4)于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸(B.2.1.2),用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含10 μg铜、10 μg铅、10 μg锌、10 μg铁、10 μg铋。

B.2.1.6 锑标准贮存溶液，称取0.5000 g锑(≥99.99 %)(为优级纯)，置于400 mL烧杯中，盖上表面皿，分数次加入10 mL硝酸(B.2.1.2)，30 mL盐酸(B.2.1.1)低温溶解完全，冷却至室温，补加200 mL盐酸(B.2.1.1)。移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锑1 mg。

B.2.1.7 锑标准溶液：移取10.00 mL锑标准贮存溶液(B.2.1.6)于100 mL容量瓶中，加入40 mL盐酸(B.2.1.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含锑100 μg。

B.2.1.8 铜、铅、锌、铁、铋、锑曲线标准溶液系列：分别移取0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL铜、铅、锌、铁、铋混合标准溶液B(B.2.1.5)于1到6号100 mL容量瓶中，分别移取0.00 mL、1.00 mL、5.00 mL锑标准溶液(B.2.1.7)于1到3号容量瓶，分别移取2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL锑标准贮存溶液(B.2.1.6)于4到6号容量瓶，加入15 mL盐酸(B.2.1.1)、5 mL硝酸(B.2.1.2),用水稀释至刻度，混匀。铜、铅、锌、铁、铋、锑工作标准溶液浓度列于表B.2。

表B.2 标准溶液浓度

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 标准溶液系列号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Cu、Pb、Zn、Fe/(μg/mL) | 0 | 0.1 | 0.3 | 0.5 | 0.8 | 1.0 |
| Bi/(μg/mL) | 0 | 1 | 3 | 5 | 8 | 10 |
| Sb/(μg/mL) | 0 | 1 | 5 | 20 | 50 | 100 |

B.2.2 材料

高纯氩气(纯度大于99.99 %)。

B.3 仪器与设备

B.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

B.3.1.1 仪器测定条件见表B.3。

表B.3 等离子光谱仪测定条件

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 项目 | 功率/W | 辅助气流量/(L/min) | 载流气压力/MPa | 泵速/(r/min) | 积分时间/s |
| 测定条件 | 1150 | 0.5 | 0.18 | 100 | 5～30 |

B.3.1.2 分析线见表B.4。

表B.4 各元素分析线

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Cu | Pb | Zn | Fe | Bi | Sb |
| 波 长 / n m | 324.75 | 220.35 | 206.20 | 259.94 | 223.06 | 206.83 |

B.4 分析步骤

B.4.1 试料

称取试样1 g,精确至0.0001 g。

独立地进行两次测定，取其平均值。

B.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

B.4.3 试料溶解

B.4.3.1 将试料(B.5.1)置于150 mL烧杯中，盖上表面皿，用水润湿，加入20 mL盐酸(B.3.1.1)、5 mL硝酸(B.3.1.2)低温溶解完全，冷却至室温。

B.4.3.2 将试料溶液(B.5.3.1)移人100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

B.4.4 工作曲线

将工作曲线标准溶液(B.3.1.8)依次引入等离子光谱仪测定各元素谱线强度，绘制各元素工作曲线，工作曲线线性r≥0.999。

B.4.5 测定

分别将空白溶液(B.5.2)及试料溶液(B.5.3.2)引入等离子光谱仪进行测定，计算机自动给出样品中各测定元素的浓度。

B.5 分析结果的计算

按式(B.1)分别计算铜、铅、锌、铁、铋、锑含量，以质量分数x计，数值以%表示：



式中：

*ρ*1——试料溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)

*ρ*0——空白溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)

*V*0——试料溶液的体积，单位为毫升(mL)

*m*0——试料的质量，单位为克(g)

所得结果表示至两位有效数字。

B.6 精密度

B.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5 %，重复性限（*r*）按表B.5数据采用线性内插法求得或外延法求得。

表B.5 重复性限（*r*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Cu的质量分数/% | 0.0010 | 0.0025 | 0.0052 | 0.0089 |
| *r*/% | 0.0002 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0005 |
| Pb的质量分数/% | 0.0010 | 0.0018 | 0.0051 | 0.0091 |
| *r*/% | 0.0003 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0007 |
| Zn的质量分数/% | 0.0011 | 0.0021 | 0.0055 | 0.0094 |
| *r*/% | 0.0004 | 0.0005 | 0.0006 | 0.0008 |
| Fe的质量分数/% | 0.0010 | 0.0026 | 0.0053 | 0.0092 |
| *r*/% | 0.0003 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0006 |
| Bi的质量分数/% | 0.011 | 0.025 | 0.053 | 0.098 |
| *r*/% | 0.001 | 0.002 | 0.004 | 0.008 |
| Sb的质量分数/% | 0.010 | 0.15 | 0.30 | 0.98 |
| *r*/% | 0.001 | 0.02 | 0.03 | 0.04 |

B.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表B.6数据采用线性内插法求得或外延法求得。

表B.6 再现性限（*R*）

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Cu的质量分数/% | 0.0010 | 0.0025 | 0.0052 | 0.0089 |
| *R* /% | 0.0003 | 0.0004 | 0.0006 | 0.0008 |
| Pb的质量分数/% | 0.0010 | 0.0018 | 0.0051 | 0.0091 |
| *R* /% | 0.0004 | 0.0005 | 0.0007 | 0.0009 |
| Zn的质量分数/% | 0.0011 | 0.0021 | 0.0055 | 0.0094 |
| *R* /% | 0.0005 | 0.0006 | 0.0008 | 0.0009 |
| Fe的质量分数/% | 0.0010 | 0.0026 | 0.0053 | 0.0092 |
| *R* /% | 0.0004 | 0.0005 | 0.0007 | 0.0008 |
| Bi的质量分数/% | 0.011 | 0.025 | 0.053 | 0.098 |
| *R* /% | 0.002 | 0.003 | 0.006 | 0.010 |
| Sb的质量分数/% | 0.010 | 0.15 | 0.30 | 0.98 |
| *R* /% | 0.001 | 0.03 | 0.04 | 0.05 |

附录C

（规范性附录）

三氧化二砷白度的测定 白度仪比较法

C.1 方法提要

三氧化二砷样品与标准白板进行比较，测出样品的白度值。

C.2 仪器

粉末白度仪(C-100型)；

测量原理：光电二级反射指数(Reflective index with photo-diode)；

分辨率：0.1；

折射：GAP光电二极管(GAP photo-diode)；

光源：卤素灯；

蓝色滤光片：中心波长440 nm。

C.3 分析步骤

1. 打开仪器上盖，确认滤光片为蓝色滤光片，按下蓝色按钮；
2. 确认仪器后方数字是否与标准白度板的数值相同，可手动进行调整；
3. 安装标准白度板于样品皿支架中，将支架插入测量室；
4. 连接电源，打开开关，约6 min后“WAIT”灯熄灭，显示屏显示标准白度值，如果显示值与标准白度值不相同，按“SENS”键自动调整；
5. 将装满样品的样品皿支架插入测量室，启动内置开关，测试样品白度值，连续测定两次，按“AVERAGE”键，得出平均结果；
6. 测定结束后，用吸尘器清洁样品皿及支架，并归于原处。

 ————————————————