ICS.77.150.99
H 62

中华人民共和国国家标准

GB XXXX—XXXX

三 氧 化 二 砷

Arsenic trioxide

（报批稿）

200×—××—××发布 **200×—××—××实施**

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 会 发布

前　　言

本标准第 3 章、第 6 章为强制性的，其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本标准负责起草单位：江西铜业股份有限公司。

本标准主要起草人：吴一微、董家辉、李保娣、黄明金、黄宏伟、梁亚群、朱晓宇、杨红生、易爱虹。

三氧化二砷

警告：三氧化二砷是剧毒品。本标准规定的一些检验、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

本标准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、贮存和质量证明书以及合同（或订货单）内容等。

本标准适用于湿法、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 引用标准

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

GB190-2009　　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 13690-2009　　常用危险化学品的分类及标志

3 要求

3.1 产品分类

三氧化二砷按化学成分分为三个牌号：As_2O_3-1、As_2O_3-2、As_2O_3-3。

3.2 化学成分

三氧化二砷的化学成分应符合表 1 的规定。

表 1　三氧化砷化学成分

牌号			As_2O_3-1	As_2O_3-2	As_2O_3-3
化学成分 %	As_2O_3不小于		99.5	98.0	95.0
	杂质不大于	Cu	0.005	—	—
		Zn	0.001	—	—
		Fe	0.002	—	—
		Pb	0.001	—	—
		Bi	0.001	—	—
注：表 1 中未列杂质元素的要求由供需双方商定。					

3.3 物理性能

三氧化二砷白度应≥60。三氧化二砷的水分、粒度要求，由供需双方商定

3.4 外观质量

三氧化二砷为白色或灰白色的粉末或颗粒。

4 试验方法

4.1 三氧化二砷化学成分仲裁分析方法的检验由供需要双方协商确定，也可参照附录 A、附录 B 检测。

4.2 三氧化二砷白度测定参考附录 C 的规定进行，水分、粒度的测定由供需双方协商确定

4.3 三氧化二砷外观质量由目视法检测。

5 检验规则

5.1 检查和验收

5.1.1 产品应由供方技术监督部门进行检验，保证产品质量符合本标准或合同（或订货单）的规定，并填写质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品进行检验，如检验结果与本标准或合同（或订货单）的规定不符时，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。

5.2 组批

三氧化二砷应成批提交检验，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。

5.3 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，可进行水分、粒度的测定。

5.4 取样和制样

5.4.1 取样方法按 GB/T 1605 的规定进行。

5.4.2 制样方法:所取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。

5.5 检验结果判定

5.5.1 检验结果的数值修约和判定按 GB/T 8170 的规定进行。

5.5.2 化学成分、白度的检验结果与本标准或合同（或订货单）不符时，按批判为不合格。

5.5.3 外观质量的测定结果与本标准或合同（或订货单）不符时，按桶判为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存和质量证明书

三氧化二砷的标志、包装、运输、贮存和质量证明书应符合 **GB190-2009**、GB 13690-2009 的规定。

6.1 标志

6.1.1 本产品在包装桶外应有“ ”标志 。

6.1.2 每桶包装应注明

a)生产厂家名称、地址；

b)产品名称和牌号；

c)批号与重量；

d)本标准编号。

6.2 包装、运输、贮存

6.2.1 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。

6.2.2 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，不得接触其它污染物，避免产品外泄、污染。

6.3 质量证明书

每批产品应附有质量证明书，并注明：

a) 生产厂家名称；

b) 产品名称和牌号；

c) 批号；

d) 净重和件数；

e) 分析检验结果和技术监督部门印记；

f) 本标准编号；

g) 出厂日期。

7 合同（或订货单）内容

本标准所列产品的订货单内应包括下列内容：

a) 产品名称；

b) 牌号；

c) 数量；

d) 粒度、水分等要求

e) 本标准编号；

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 范围

本附录规定了三氧化二砷中三氧化二砷含量的测定方法。

本附录适用于三氧化二砷中三氧化二砷含量的测定。测定范围 ：94.00%~99.70%。

A.2 方法提要

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) 。

$I_3^- + AsO_3^{3-} + 2OH^- = AsO_4^{3-} + H_2O + 3I^-$

A.3 试剂

A.3.1 碘化钾。

A.3.2 氢氧化钠溶液（100g/L）。

A.3.3 碳酸氢钠饱和溶液。

A.3.4 硫酸（0.5mol/L）。

A.3.5 硫酸（1+9）。

A.3.6 酚酞乙醇溶液(10g/L)。

A.3.7 淀粉溶液（5g/L）。

A.3.8 碘标准滴定溶液[$c(I_2)$=0.062 mol/L] 。

A.3.8.1 配制：称取 16g 碘片（I_2），置于 400mL 烧杯中，与 50g 碘化钾混合，加 300mL 水溶解，过滤于 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。放置两周后标定。

A.3.8.2 标定：称取 0.3g(精确至 0.0001g)三氧化二砷（优级纯，含 As_2O_3 不小于 99.8%）三份。以下按 A.5.2.3 条与试料测定同时进行。

按公式（1）计算碘标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{m \cdot W}{V_1 \times 0.0989} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \text{（A.1）}$$

式中：

m——三氧化二砷的质量，单位为克（g）；

W——三氧化二砷基准物质中三氧化二砷的含量，单位为质量百分数（%）；

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 1.00mL 碘标准滴定溶液[$c(I_2)$=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。

碘标准滴定溶液的实际浓度[$c(I_2)$]应介于 0.062 mol/L～0.063mol/L 之间，否则调整后再重新标定。

A.4 仪器

滴定管（50mL），见图 A.1。

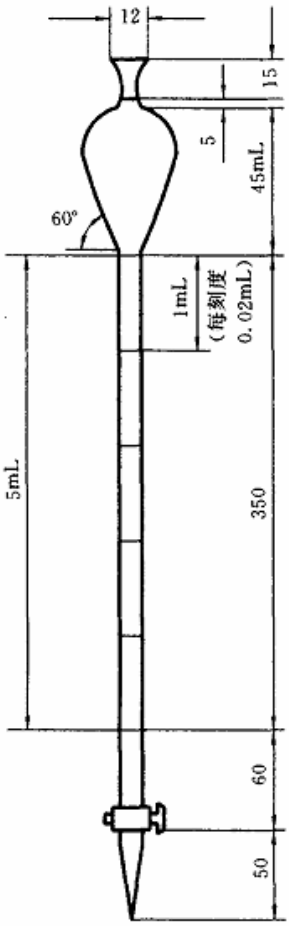

图 A.1 滴定管示意图

A.5 分析步骤

A.5.1 试料

按表 A.1 称取试样，精确至 0.0001g。

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

独立地进行两次测定，取其平均值。

A.5.2 分析步骤

A.5.2.1 将试料（A.5.1）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.5.2.2 滴加酚酞乙醇溶液，先用硫酸（A.3.4）中和至溶液呈淡红色，再用硫酸（A.3.5）中和至红色消失。

A.5.2.3 加入 20mL 碳酸氢钠饱和溶液、2mL 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.6 分析结果的计算

按公式（A.2）计算三氧化二砷的含量，以质量分数 $w_{As_2O_3}$ 计，数值以%表示：

$$w_{As_2O_3}=\frac{c\cdot V_2\times 0.0989}{m_0}\times 100 \cdots\cdots\cdots\

附 录 B
（资料性附录）
三氧化二砷中铜、铅、锌、铁、铋量的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法

B.1 范围

本附录规定了三氧化二砷中铜、铅、锌、铁、铋量的测定方法。

本附录适用于三氧化二砷中铜、铅、锌、铁、铋量的测定。测定范围：各元素均为 0.0010%～0.010% 。

B.2 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的铜、铅、锌、铁、铋元素的含量。砷对被测元素不产生背景及谱线干扰。

B.3 试剂和材料

B.3.1 试剂

B.3.1.1 盐酸（1+1）。

B.3.1.2 硝酸（1+1）。

B.3.1.3 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%），0.5000 g 铋（≥99.99%）(均为优级纯)，置于 400mL 烧杯中，盖上表面皿，分数次加入 50mL 硝酸（B.3.1.2）低温溶解完全，冷却至室温。移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 分别含铜、铅、锌、铁、铋各 1mg。

B.3.1.4 铜、铅、锌、铁、铋混合标准溶液 A：移取 10.00mL 铜、铅、锌、铁、铋标准贮存溶液（B.3.1.3）于 100mL 容量瓶中，加入 10mL 硝酸（B.3.1.2），用水稀释至刻度，混匀 。 此溶液 1mL 分别含 100μg 铜、100μg 铅、100μg 锌、100μg 铁、100μg 铋。

B.3.1.5 铜、铅、锌、铁、铋混合标准溶液 B：移取 10.00mL 铜、铅、锌、铁、铋混合标准溶液（B.3.1.4）于 100mL 容量瓶中，加入 10mL 硝酸（B.3.1.2），用水稀释至刻度，混匀 。此溶液 1mL 分别含 10μg 铜、10μg 铅、10μg 锌 、10μg 铁 、10μg 铋 。

B.3.1.6 铜 、铅、锌、铁、铋工作曲线标准溶液系列：分别移取 0.00mL、1.00mL 、3.00mL 、5.00mL、8.00mL、10.00mL 铜、铅、锌、铁、铋混合标准溶液 B（B.3.1.5）于 6 个 100mL 容量瓶中，加入 15mL 盐酸（B.3.1.1）、5mL 硝酸（B.3.1.2），用水稀释至刻度，混匀。 铜、铅、锌、铁、铋工作标准溶液浓度列于表 B.1。

表 B.1　标准溶液浓度

标准溶液系列号	1	2	3	4	5	6
Cu、Pb、Zn、Fe、Bi/（μg/mL）	0	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0

B.3.2 材 料

高纯氩气（纯度大于 99.99%）。

B.4 仪器与设备

B.4.1 电感藕合等离子体原子发射光谱仪

B.4.1.1 仪器测定条件，见表 B.2。

表 B.2 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.4.1.2 分析线，见表 B.3。

表 B.3 各元素分析线

元素	Cu	Pb	Zn	Fe	Bi
波长/nm	324.75	220.35	206.20	259.94	223.06

B.5 分析步骤

B.5.1 试料

称取试样 1g，精确至 0.0001 g 。

独立地进行两次测定，取其平均值。

B.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

B.5.3 试料溶解

B.5.3.1 将试料（B.5.1）置于 150mL 烧杯中，盖上表面皿，用水润湿，加入 20mL 盐酸（B.3.1.1）、5mL 硝酸（B.3.1.2）低温溶解完全，冷却至室温。

B.5.3.2 将试料溶液（B.5.3.1）移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

B.5.4 工作曲线

将工作曲线标准溶液（B.3.1.6）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.5.5 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.6 分析结果的计算

按下式（B.1）计算铜、铅、锌、铁、铋的含量，以质量分数 w_X 计，数值以%表示：

$$w_X = \frac{(\rho_1 - \rho_0)\cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \cdots\cdots (B.1)$$

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）。

所得结果表示至四位小数。

B.7 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 B.4 所列允许差。

表 B.4 允许差

铜 、铅、锌、铁、铋含量（w_X）/%	允许差/%
＞0.0010～0.0050	0.0005
＞0.0050～0.010	0.0010

附录 C
（资料性附录）
三氧化二砷白度的测定——白度仪比较法

C.1 范围

本附录规定了三氧化二砷中白度的测定方法。

本附录适用于三氧化二砷中白度的测定，测定范围：0～110。

C.2 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.3 仪器

凯特数字粉末白度仪（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 440nm。

C.4 分析步骤

C.4.1 打开仪器上盖，确认滤光片为蓝色滤光片，按下蓝色按钮。

C.4.2 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。

C.4.3 安装标准白度板于样品皿支架中，将支架插入测量室。

C.4.4 连接电源，打开开关，约 6 分钟后“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。

C.4.5 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。

C.4.6 测定结束后，用吸尘器清洁样品皿及支架，并归于原处。