

ICS 71.060.01  
G 10



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23834.5—2009

GB/T 23834.5—2009

## 硫酸亚锡化学分析方法 第5部分：砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

Chemical analysis method for stannous sulfate—  
Part 5: Determination of arsenic content—  
Silver diethyldithiocarbamate spectrophotometry

中华人民共和国  
国家标准  
硫酸亚锡化学分析方法  
第5部分：砷含量的测定  
二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法  
GB/T 23834.5—2009

\*  
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 7 千字  
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

\*  
书号：155066·1-38026 定价 14.00 元

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



GB/T 23834.5—2009

2009-05-18 发布

2010-02-01 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员会 发布

- 6.2 硫酸溶液:1+4;  
 6.3 酒石酸溶液:200 g/L;  
 6.4 碘化钾溶液:150 g/L;  
 6.5 二乙基二硫代氨基甲酸银(Ag-DDTC)-三乙胺-三氯甲烷溶液:2.5 g/L;  
 6.6 氯化亚锡盐酸溶液:溶解 40 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )于 50 mL 盐酸溶液(1+1)后用水稀释至 100 mL。

- 6.7 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg;

用移液管移取 50.0 mL 按 GB/T 602 配置或 5.00 mL 按 HG/T 3696.2 配置的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液一星期内使用。

用移液管移取上述砷标准溶液 2.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸,稀释至刻度后摇匀。此溶液现用现配。

- 6.8 乙酸铅脱脂棉。

## 7 仪器、设备

分光光度计:带 1 cm 吸收池。

## 8 分析步骤

### 8.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 50 mL 烧杯中,加入 5 mL 硫酸溶液,加热,煮沸 2 min。冷却后完全转移至定砷瓶中,加入 25 mL 酒石酸溶液,摇匀,加水至 40 mL。

### 8.2 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与测定试验相同。

### 8.3 工作曲线绘制

准确吸取砷标准溶液:0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 分别置于六个砷发生瓶中,各加入硫酸溶液 10 mL,加水稀释至 40 mL,摇匀。按 8.4 操作后测其吸光度,求出回归方程,并以吸光度为纵坐标、砷的质量(mg)为横坐标绘制工作曲线。

### 8.4 还原反应与比色测定

于试样溶液和工作曲线溶液中分别加入 2 mL 碘化钾溶液,摇匀,再加入 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀,静置 15 min。

移取 5.00 mL Ag-DDTC-三乙胺-三氯甲烷溶液置于干燥的吸收瓶中,连接好发生吸收装置(密闭,导管塞有蓬松的乙酸铅棉花)(见图 1)。向发生瓶中迅速加入 3 g 无砷锌粒,反应 45 min(当室温低于 15 °C 时,反应延长至 1 h)。反应中轻摇发生瓶 2 次,反应结束后,取下吸收瓶,用三氯甲烷定容至 5 mL,摇匀。立即用 1 cm 吸收池进行测定,以原吸收液为参比,在 520 nm 处,测定吸光度。用试验溶液吸光度减去空白试验的吸光度,再从工作曲线上查出试验溶液中砷的质量。

## 前 言

GB/T 23834—2009《硫酸亚锡化学分析方法》分为六个部分:

- 第 1 部分:硫酸亚锡含量的测定 重铬酸钾滴定法
- 第 2 部分:盐酸不溶物的测定 重量法
- 第 3 部分:碱金属及碱土金属硫酸盐总量的测定 重量法
- 第 4 部分:铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 5 部分:砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法
- 第 6 部分:铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

本部分为 GB/T 23834 的第 5 部分。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本部分负责起草单位:柳州华锡集团有限责任公司、云南锡业集团有限责任公司、精细化学品集团有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本部分主要起草人:林文霜、叶素娟、解惠芳、王宙晖、刘幽若、郭凤鑫。

本部分为首次发布。