

7.5 结果计算

试样中砷含量以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$\omega = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 —— 由标准曲线上查出试液中砷质量,单位为微克(μg);

m —— 试样的质量,单位为克(g)。

GB/T 13025.13—2012

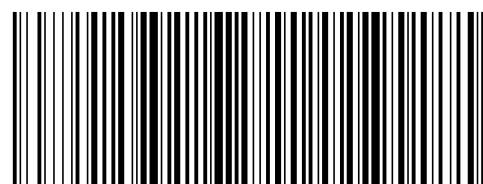


中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.13—2012
代替 GB/T 13025.13—1994

制盐工业通用试验方法 砷的测定

General test method in salt industry—Determination of arsenic



GB/T 13025.13—2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-45434

定价: 16.00 元

2012-06-29 发布

2012-12-01 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

中华人民共和国
国家标准
制盐工业通用试验方法 砷的测定

GB/T 13025.13—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

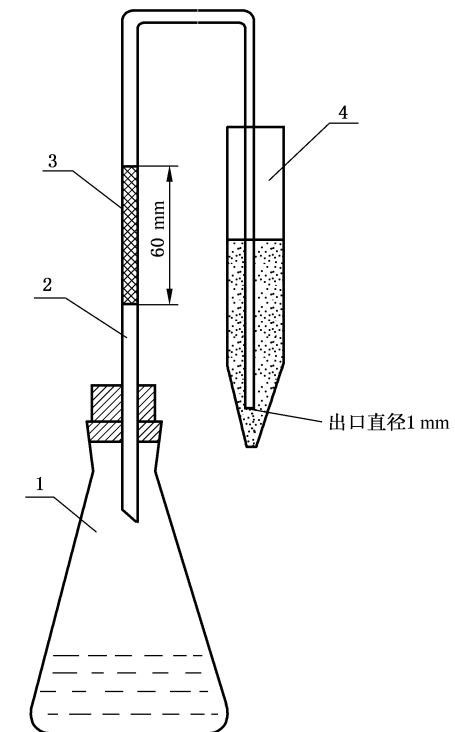
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2012年9月第一版 2012年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-45434 定价 16.00 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)68510107



说明:

- 1—100 mL 锥形瓶;
2—导气管;
3—乙酸铅棉花;
4—5 mL 刻度离心管。

图2 测砷装置

7.4 分析步骤

称取 5 g 试样,称准至 0.01 g,置于 100 mL 磨口锥形瓶中,加水至 25 mL。

吸取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 砷标准使用液(6.2.8)(相当于 0.00 μg 、2.00 μg 、4.00 μg 、6.00 μg 、8.00 μg 砷),分别置于 100 mL 磨口锥形瓶中,加水至 25 mL。

于试样溶液、试剂空白及砷标准溶液中各加 15 mL 盐酸(6.2.2)、5 mL 碘化钾溶液(6.2.3)、1 mL 氯化亚锡溶液(6.2.4),混匀,放置 15 min。各加入 3 g 无砷锌粒(6.2.1),立即塞上装有乙酸铅棉花(6.2.5)的导气管,并使管尖端插入装有 5.00 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷溶液(银盐溶液)(7.2.1)的吸收管中的液面下,在室温下反应 30 min~50 min(室温高要适当减少反应时间,室温低要适当增加反应时间),取下吸收管,用 1 cm 吸收池,在 520 nm 波长处,以试剂空白为参比,测量吸光度。

将标准系列中砷质量(单位为微克)与对应的吸光度绘制标准工作曲线,由试样溶液测得吸光度从标准曲线上查出相应的砷质量(单位为微克),计算结果。

至小孔恰在橡皮塞下面。上部较粗部分装入乙酸铅棉花,高 50 mm~60 mm。玻璃管的上端管口表面磨平,下面两侧各有一钩,供固定玻璃帽用。

6.3.5 玻璃帽

下面磨平,上面有弯月形凹槽,中央有孔与玻璃管相通,孔直径 6.5 mm。使用时将玻璃帽盖在玻璃管的管口,使圆孔互相吻合,中间夹一溴化汞试纸,用橡皮圈或其他适宜的方法将玻璃帽与玻璃管固定。

6.4 分析步骤

标准砷斑制备:吸取 2.50 mL 砷标准使用液(6.2.8)置于锥形瓶中,加 25 mL 水,加 15 mL 盐酸溶液(6.2.2)、5 mL 碘化钾溶液(6.2.3)、1 mL 氯化亚锡溶液(6.2.4)摇匀,放置 10 min。加 3 g 无砷锌粒(6.2.1),立即塞上预先装有乙酸铅棉花(6.2.5)及溴化汞试纸(6.2.6)的测砷管,在室温下放置 40 min~60 min,同时作试剂空白试验。

试样砷斑制备:称取 5 g 试样,称准至 0.01 g,置于锥形瓶中,以下步骤与标准同时同样处理。

6.5 结果表示

试样砷斑所呈黄色不深于标准砷斑黄色为合格,否则为不合格。

7 银盐法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

7.1 原理

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将高价砷还原为三价砷。加锌粒与酸作用产生新生态氢,使三价砷进一步还原为砷化氢。砷化氢气体被二乙基二硫代氨基甲酸银溶液吸收,生成红色络合物,用分光光度法测定。

7.2 试剂

7.2.1 二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷溶液(银盐溶液)

称取 0.2 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用少量三氯甲烷溶解,加入 3 mL 三乙醇胺,用三氯甲烷稀释至 100 mL。静置过液,过滤,贮于棕色瓶中。

7.2.2 其他试剂

按 6.2.1、6.2.2、6.2.3、6.2.4、6.2.5、6.2.7、6.2.8 的规定。

7.3 仪器和装置

7.3.1 一般实验室仪器。

7.3.2 分光光度计。

7.3.3 测砷装置如图 2 所示。

7.3.4 磨口锥形瓶:容积 100 mL,19 号标准口。

7.3.5 导气管:管口 19 号标准口与磨口锥形瓶密合时不应漏气。管的另一端管径为 1.0 mm。

7.3.6 吸收管:5 mL 离心管作吸收管用。

前 言

本部分为制盐工业通用试验方法系列标准之一,该系列标准目前分为以下 13 部分,必要时,其他试验方法标准将在后续工作中补充制定。

- GB/T 13025.1 制盐工业通用试验方法 粒度的测定;
- GB/T 13025.2 制盐工业通用试验方法 白度的测定;
- GB/T 13025.3 制盐工业通用试验方法 水分的测定;
- GB/T 13025.4 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定;
- GB/T 13025.5 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定;
- GB/T 13025.6 制盐工业通用试验方法 钙和镁的测定;
- GB/T 13025.7 制盐工业通用试验方法 碘的测定;
- GB/T 13025.8 制盐工业通用试验方法 硫酸根的测定;
- GB/T 13025.9 制盐工业通用试验方法 铅的测定;
- GB/T 13025.10 制盐工业通用试验方法 亚铁氰根的测定;
- GB/T 13025.11 制盐工业通用试验方法 氟的测定;
- GB/T 13025.12 制盐工业通用试验方法 钡的测定;
- GB/T 13025.13 制盐工业通用试验方法 砷的测定。

本部分为 GB/T 13025 的第 13 部分。

本部分依据 GB/T 1.1—2009 的规则编制。

本部分代替 GB/T 13025.13—1994《制盐工业通用试验方法 砷离子的测定》,本部分与 GB/T 13025.13—1994 相比除编辑性修改外主要变化如下:

——增加了氢化物原子荧光光度法。

本部分由中国轻工业联合会提出,全国盐业标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:全国海湖盐标准化中心、全国井矿盐标准化中心。

本部分主要起草人:赵毅、于秀玲、任青考、孙劲松、廖宣成、沈敏、魏瑜。

本部分历次版本发布情况为:

——GB/T 13025.13—1994。