

中华人民共和国国家标准

工业用碳酸氢铵 砷含量的测定
二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

UDC 661.523
:543.06

GB 6276.7-86

Ammonium hydrogen carbonate for industrial use—
Determination of arsenic content—Silver
diethyl dithiocarbamate photometric method

本标准适用于工业用碳酸氢铵中砷含量的测定（仲裁法）。

本标准适用于碳酸氢铵试样中含有1~20 μg 砷（As）。

本标准等效采用ISO 4275-1977《工业（包括食品工业）用碳酸氢铵——砷含量的测定——二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法》。

1 原理

在酸性介质中，金属锌将砷还原为砷化氢，用二乙基二硫代氨基甲酸银的吡啶溶液吸收，析出紫红色胶状分散银，于最大吸收波长540nm处，用分光光度计测定其吸光度。

2 试剂和溶液

2.1 盐酸（GB 622-77）：分析纯；

2.2 吡啶（GB 689-78）：分析纯；

2.3 二乙基二硫代氨基甲酸银；

2.4 二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液：

溶解1g二乙基二硫代氨基甲酸银（2.3）于吡啶（2.2）中，并用同样的吡啶稀释至200ml，贮于棕色瓶中备用，该溶液约稳定两周；

2.5 三氧化二砷（GB 673-77）：分析纯；

2.6 氢氧化钠（GB 629-81）：分析纯，5%溶液；

2.7 砷标准溶液：1ml溶液含有0.1mg砷（As），按GB 602-77《化学试剂 杂质标准溶液制备方法》配制；

2.8 砷标准溶液：1ml溶液含有1 μg 砷（As）。移取1ml砷标准溶液（2.7），置于100ml容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，此溶液在使用时制备；

2.9 乙酸铅（HG 3-974-76）；

2.10 乙酸铅棉花：称50g乙酸铅（2.9），溶解于250ml水中，取脱脂棉花，用上述溶液浸透后，挤去多余溶液，置室温下干燥，保存于广口瓶中；

2.11 无砷金属锌（GB 2304-80）：粒径0.5~1mm或其他相应纯度的锌粒；

2.12 碘化钾（GB 1272-77）：分析纯，15%溶液；

2.13 氯化亚锡（GB 638-78）：分析纯，盐酸溶液。

溶解40g氯化亚锡于25ml水及75ml盐酸（2.1）的混合液中。

3 仪器设备

用于砷测定的所有玻璃仪器，事先要用热的浓硫酸或洗液小心洗涤，并用水充分洗涤和完全干燥。