



中华人民共和国国家标准

GB/T 23947.1—2009

GB/T 23947.1—2009

无机化工产品中砷测定的 通用方法 第1部分:二乙基二硫代 氨基甲酸银光度法

Inorganic chemicals for industrial use—General method for determination
of arsenic—Part 1: Silver diethyldithiocarbamate photometric method

(ISO 2590:1973, MOD)

中华人民共和国
国家标准
无机化工产品中砷测定的
通用方法 第1部分:二乙基二硫代
氨基甲酸银光度法
GB/T 23947.1—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
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 0.75 字数 14千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*
书号:155066·1-38709 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)68533533



GB/T 23947.1—2009

2009-06-02 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

附录 B
(资料性附录)
干扰测定的离子

B.1 干扰测定的含义,系指某种离子在限量之内对 10 μg 砷的测定所引起的误差超过±5%以上。

B.2 干扰测定的离子见表 B.1。

表 B.1 干扰测定的离子

编号	名称	加入形式	最大允许限量/mg	消除方法	采用消除方法时允许限量/mg
1	Ag ⁺	AgNO ₃	0.5	—	—
2	Pt ⁴⁺	K ₂ PtCl ₆	0.1	—	—
3	Co ²⁺	CoCl ₂ ·6H ₂ O	1.0	—	—
4	Cu ²⁺	CuSO ₄ ·5H ₂ O	5.0	—	—
5	Mo ⁶⁺	(NH ₄) ₆ Mo ₇ O ₂₄ ·4H ₂ O	0.5	在含有 1 μg~20 μg 砷的试液中,加 10 mL 50%酒石酸和 10 mL 盐酸溶液,使之总体积为 40 mL,且酸度为 3 mol/L	3.0
6	Cd	金属镉	5.0	—	—
7	Pb ²⁺	Pb(CH ₃ COO) ₂ ·3H ₂ O	5.0	—	—
8	Hg ²⁺	Hg(CH ₃ COO) ₂	0.5	同编号 5、Mo ⁶⁺ 的处理	1.0
9	Cr ³⁺	CrCl ₃ ·6H ₂ O	5.0	—	—
10	Cr ⁶⁺	K ₂ Cr ₂ O ₇	5.0	—	—
11	Sb ³⁺	Sb ₂ O ₃	0.1	碘化钾溶液加入量改为 5.0 mL 和氯化亚锡溶液加入量改为 3.0 mL	0.4
12	Se	金属硒	0.1	在含有 1 μg~20 μg 砷的试验溶液中,加 10 mL 盐酸溶液,加水使总体积约 40 mL。然后加 0.1 g 硫酸联氨固体,使金属硒沉淀,用慢速滤纸干过滤。其清液作试验,然后加 2 mL 碘化钾溶液	2.0
13	Ni ²⁺	NiSO ₄ (NH ₄) ₂ SO ₄ ·6H ₂ O	1.0	—	—
14	Bi ³⁺	Bi(NO ₃) ₃ ·5H ₂ O	1.0	—	—
15	Ge ⁴⁺	GeO ₂	0.03	—	—

前 言

GB/T 23947《无机化工产品中砷测定的通用方法》分为两个部分:

——第 1 部分:二乙基二硫代氨基甲酸银光度法;

——第 2 部分:砷斑法。

本部分为 GB/T 23947 的第 1 部分。

本部分修改采用 ISO 2590:1973《砷测定的通用方法 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法》(英文版)。

本部分根据 ISO 2590:1973 起草。本标准条款和国际标准条款一一对应。

由于 ISO 2590:1973 所引用的国际标准已废止,本标准在采用 ISO 2590:1973 时进行了修改。技术性差异在于未引用已废止的国际标准。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改:

——为了与我国无机化工产品系列标准一致,标准名称中增加了“无机化工产品”;

——删除国际标准的前言;

——用“本标准”代替“本国际标准”;

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;

——将国际标准中“附录”改为“附录 A”;

——增加了资料性附录 B 以指导使用。

本部分的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

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。

本部分主要起草单位:中海油天津化工研究设计院、多氟多化工股份有限公司、云南省化工研究院、天津出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:陆思伟、薛旭金、龙萍、刘绍从、吕刚。

本部分为首次发布。

溶液调正仪器的吸光度为零后进行光度测量。

5.3.3 工作曲线的绘制

以每 5 mL 标准参比溶液含有砷的毫克数为横坐标,以相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4 测定

取 40 mL 试液(5.1)置于锥形瓶(4.1.1)中,加 2 mL 碘化钾溶液(3.6)和 2 mL 氯化亚锡溶液(3.7),摇匀,放置 15 min。

按照 5.3.1 所述的步骤操作。

5.4.1 光度测量

用空白试验溶液(5.2)调节仪器的吸光度为零,按照 5.3.2 的规定,对试液进行光度测量。

6 结果的表述

根据试液的吸光度从工作曲线(5.3.3)上查出相应的砷质量。

无机化工产品中砷测定的 通用方法 第 1 部分:二乙基二硫代 氨基甲酸银光度法

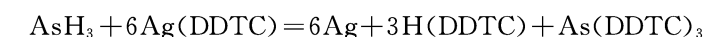
1 范围

GB/T 23942 的本部分规定了无机化工产品砷测定的通用方法——二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法。

本方法适用于在全部试液或测定所取的部分试液中砷(As)含量为 1 μg~20 μg 的产品。

2 原理

在盐酸介质中用锌把砷还原成砷化氢,再用二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液吸收砷化氢。在最大吸收波长下(大约 540 nm)对分散的银胶体所产生的紫红色进行光度测量。生成银胶体的反应方程式如下:



3 试剂

所有的试剂,特别是锌应不含有砷或含极少量的砷。实验中所用的水应是蒸馏水或相应纯度的水。

3.1 盐酸:密度 1.19 g/mL,质量分数约 38%或浓度为 12 mol/L。

3.2 二乙基二硫代氨基甲酸银[Ag(DDTC)];5 g/L 吡啶溶液。

在吡啶(密度约 0.980 g/mL)中溶解 1 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用同一吡啶稀释溶液至 200 mL。在密封的棕色瓶中避光保存,此溶液的使用期为两周。

3.3 砷标准溶液:0.100 g/L。

称取 0.132 g 三氧化二砷(As₂O₃),精确至 0.000 1 g,置于适当容积(比如 100 mL)的烧杯中,用约 2 mL 50 g/L 氢氧化钠溶液溶解,全部转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水冲洗烧杯几次,并将洗液也转移到容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此标准溶液 1 mL 含有 100 μg 砷(As)。

3.4 砷标准溶液:2.50 mg/L。

移取 25.0 mL 砷标准溶液(3.3),置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液在使用前制备。

此标准溶液 1 mL 含有 2.5 μg 砷(As)。

3.5 乙酸铅脱脂棉。

在 250 mL 水中溶解 50 g 三水乙酸铅[Pb(C₂H₃O₂)₂ · 3H₂O]。用此溶液将脱脂棉浸透,排去多余的溶液,并在室温下真空干燥。

贮存在密封的容器里。

3.6 碘化钾溶液:150 g/L。

用水溶解 15 g 碘化钾,并稀释至 100 mL,混匀。

3.7 氯化亚锡:盐酸溶液。

用 25 mL 水和 75 mL 盐酸(3.1)的混合溶液溶解 40 g 二水氯化亚锡(SnCl₂ · 2H₂O)。

3.8 锌粒:0.5 mm~1 mm 或通过试验已证明能在规定试验条件下得出相同结果的任何形状的锌(见附录 A)。

4 仪器

对于砷测定所用的玻璃容器要用热的浓硫酸来冲洗(操作时要小心谨慎),然后再用水冲洗并完全干燥。