

ICS 71.060.50  
G 12



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6276.7—2010  
代替 GB/T 6276.7—1986

GB/T 6276.7—2010

## 工业用碳酸氢铵的测定方法 第 7 部分：砷含量 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

Determination of ammonium hydrogen carbonate for industrial use—  
Part 7: Arsenic content—Silver diethyl dithiocarbamate photometric method

中华人民共和国  
国家标准  
工业用碳酸氢铵的测定方法  
第 7 部分：砷含量  
二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法  
GB/T 6276.7—2010

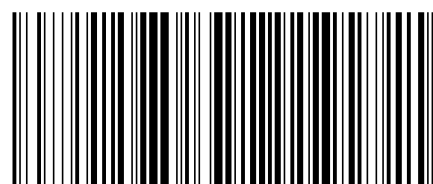
\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

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  
2010 年 8 月第一版 2010 年 8 月第一次印刷

\*  
书号：155066·1-40243 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 6276.7—2010

2010-06-30 发布

2011-01-01 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

用于砷测定的所有玻璃仪器,事先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。

## 5 试剂和材料

下列的部分试剂具有毒害性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

本部分中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

- 5.1 盐酸;
- 5.2 无砷金属锌粒,粒径 0.5 mm~1.0 mm 或其他相应纯度的锌粒;
- 5.3 二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液,5 g/L,贮存于棕色瓶中,该溶液约稳定两周;
- 5.4 氢氧化钠溶液,5%;
- 5.5 碘化钾溶液,15%;
- 5.6 氯化亚锡盐酸溶液,400 g/L;
- 5.7 砷标准溶液,1 mg/mL;
- 5.8 砷标准溶液,1  $\mu$ g/mL:吸取 1 mL 砷标准溶液(5.7),置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,使用前配制;
- 5.9 乙酸铅棉花。

## 6 分析步骤

### 6.1 标准曲线的绘制

每换一批锌粒或新制备一次二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液,都应重新绘制标准曲线。

#### 6.1.1 标准比色溶液的制备

于数只锥形瓶中,分别加入 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL...20.0 mL 的砷标准溶液(5.8),加 10 mL 盐酸,加水至约 40 mL,然后加入 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀后放置 15 min。

将乙酸铅棉花置于连接管中,以吸收硫化氢。

用不溶解于吡啶的油脂密封磨口玻璃接头连接仪器。于量筒中加入 5 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液。

于锥形瓶中加入 5 g 锌粒,迅速连接好仪器,反应进行 45 min 后,移去量筒,混匀吸收液,该溶液颜色在暗处可稳定 2 h。

#### 6.1.2 吸光度测定

用 1 cm 的比色皿中,以空白溶液(6.1.1 中的 0 mL)作参比溶液,于分光光度计波长 540 nm 处测定其吸光度。

#### 6.1.3 标准曲线的绘制

以 5 mL 吸收液中所含砷的微克数为横坐标,相对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

### 6.2 测定

做两份试料的平行测定。

称取 10 g 试样(精确到 0.1 g)置于 250 mL 烧杯中,加约 50 mL 水,缓慢加热煮沸逐尽二氧化碳和氨,冷却后将试液移入锥形瓶中,除此溶液代替砷标准溶液外,其余步骤与 6.1 相同。

## 7 分析结果的表述

砷含量  $w_1$ ,以砷(As)质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

## 前 言

GB/T 6276《工业用碳酸氢铵的测定方法》分为九个部分:

- 第 1 部分:碳酸氢铵含量 酸碱滴定法;
- 第 2 部分:氯化物含量 电位滴定法;
- 第 3 部分:硫化物含量 目视比浊法;
- 第 4 部分:硫酸盐含量 目视比浊法;
- 第 5 部分:灰分含量 重量法;
- 第 6 部分:铁含量 邻菲罗啉分光光度法;
- 第 7 部分:砷含量 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法;
- 第 8 部分:砷含量 砷斑法;
- 第 9 部分:重金属含量 目视比浊法。

本部分是 GB/T 6276 的第 7 部分。

本部分代替 GB/T 6276.7—1986《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》。

本部分与 GB/T 6276—1986 的主要差异是:

- 删除了等效采用 ISO 4275:1977 的内容;
- 试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法均执行 HG/T 2843;
- 增加了平行测定结果允许差的规定。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本部分主要起草人:王婷、仲文轶。

本部分于 1986 年首次发布。