

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1~20μg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1μg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。

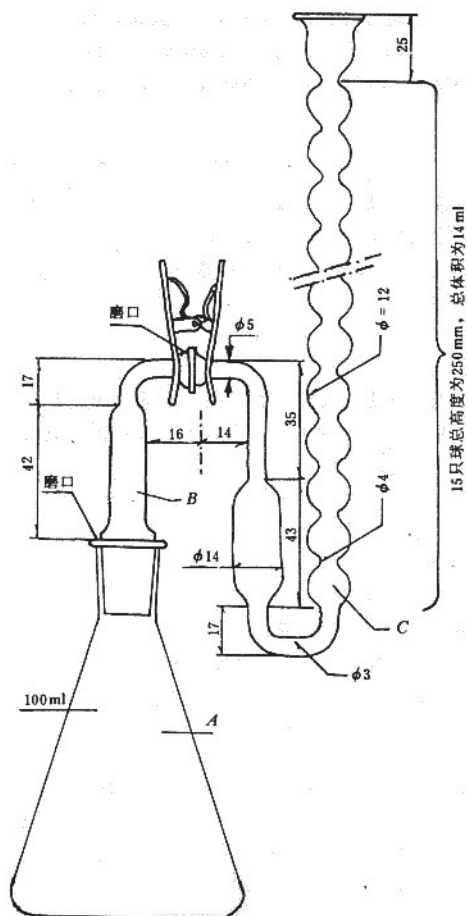
3 仪器设备

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。

国家标准局1986-04-18发布

1987-03-01实施

- 3.1 一般实验室仪器;
3.2 分光光度计;
3.3 定砷装置见下图。



定砷装置图

A—锥形瓶; B—连接管; C—15球吸收器

3.3.1 锥形瓶 (A) 容积100ml, 用于砷的释放;

3.3.2 连接管 (B) 使用前装入乙酸铅棉花;

3.3.3 15球吸收器 (C)。

也可使用具有同样效果的定砷装置。

4 测定手续

4.1 标准曲线的绘制

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

4.1.1 标准比色溶液的制备:

于数只锥形瓶(3.3.1)中,分别加入0、1.0、2.0、4.0、6.0……20.0ml砷标准溶液(2.8),并加入10ml盐酸(2.1),补充水至40ml,然后加入2ml碘化钾溶液(2.12)和2ml氯化亚锡溶液(2.13),摇匀后放置15min。

将乙酸铅棉花(2.10)置于连接管(3.3.2)中,以吸收硫化氢。

用不溶于吡啶的油脂密封磨口玻璃接头按图1连接仪器。于吸收器(3.3.3)中加入5ml二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液(2.4)。

于锥形瓶(3.3.1)中加入5g锌粒(2.11),迅速连接好仪器,反应进行45min后,移去吸收器(3.3.3),混匀吸收液,该溶液颜色在暗处可稳定2h。

4.1.2 吸光度的测定

使用分光光度计(3.2),选用1cm的比色皿,于最大吸收波长540nm处,以空白溶液(4.1.1中0ml)为参比溶液,测定吸光度。

4.1.3 标准曲线的绘制

以5ml吸收液含砷的微克数为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.2 空白试验

在测定试样溶液的同时,用同样的手续,同样的试剂及用量,只是不加样品,进行空白试验。

4.3 测定

4.3.1 试样溶液的制备

称取试样10g,称准至0.1g,置于250ml烧杯中,加约50ml水,缓慢加热煮沸直到逐尽二氧化碳和氨,冷却后将试液移入锥形瓶(3.3.1)中,加入10ml盐酸(2.1),加水使总体积为40ml。

4.3.2 样品的测定

于制备好的试样溶液(4.3.1)中,加入2ml碘化钾(2.12),2ml氯化亚锡(2.13),摇匀后放置15min,以下手续与标准曲线的绘制(4.1.1)相同。

用分光光度计,选用1cm的比色皿,于最大吸收波长540nm处,以空白溶液(4.2)为参比溶液,测定吸光度。

5 结果的计算

从标准曲线(4.1.3)上查出吸光度对应的砷(As)含量(μg)。

碳酸氢铵中砷(As)含量(X)以质量百分数(%)表示,按下式计算。

$$X = \frac{m_1}{m_0 \times 1000000} \times 100$$

式中: m_1 ——试液中测得的砷含量, μg ;

m_0 ——试样的质量, g。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由化工部上海化工研究院技术归口。

本标准由化工部上海化工研究院、大连化学工业公司负责起草。

本标准主要起草人赵育为、廖博猷。

自本标准实施之日起,原化学工业部部标准HG 1-523-77《碳酸氢铵》作废。