



中华人民共和国国家标准

GB/T 23834.5—2009

硫酸亚锡化学分析方法 第5部分：砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

Chemical analysis method for stannous sulfate—
Part 5: Determination of arsenic content—
Silver diethyldithiocarbamate spectrophotometry

2009-05-18 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

前 言

GB/T 23834—2009《硫酸亚锡化学分析方法》分为六个部分：

- 第1部分：硫酸亚锡含量的测定 重铬酸钾滴定法
- 第2部分：盐酸不溶物的测定 重量法
- 第3部分：碱金属及碱土金属硫酸盐总量的测定 重量法
- 第4部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第5部分：砷含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法
- 第6部分：铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

本部分为 GB/T 23834 的第5部分。

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。

本部分负责起草单位：柳州华锡集团有限责任公司、云南锡业集团有限责任公司、精细化学品集团有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本部分主要起草人：林文霜、叶素娟、解惠芳、王宙晖、刘幽若、郭凤鑫。

本部分为首次发布。

硫酸亚锡化学分析方法

第5部分：砷含量的测定

二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

1 范围

本部分规定了二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定硫酸亚锡中砷含量的方法原理、安全提示、一般规定、分析步骤、结果计算。

本部分适用于硫酸亚锡中砷含量的测定。测定范围：0.001%~0.050%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 23834 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备 (GB/T 602—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备 (GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法 (ISO 3696:1987, MOD)

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 方法原理

在酸性介质中，用氯化亚锡还原砷，同时与锌与盐酸反应生成的新生态氢反应形成砷化氢气体，导入二乙基二硫代氨基甲酸银 $[Ag(DDTC)]$ 吸收溶液中，形成黄色或棕红色银溶胶，其颜色深浅与砷含量成正比，符合朗伯-比尔定律，用分光光度计测定其吸光度，通过工作曲线获得硫酸亚锡中的砷含量。

4 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

5 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 602、GB/T 603 或 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

6 试剂和材料

6.1 无砷锌粒：粒径 $3.0\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ ；

6.2 硫酸溶液:1+4;

6.3 酒石酸溶液:200 g/L;

6.4 碘化钾溶液:150 g/L;

6.5 二乙基二硫代氨基甲酸银(Ag-DDTC)-三乙胺-三氯甲烷溶液:2.5 g/L;

6.6 氯化亚锡盐酸溶液:溶解 40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 50 mL 盐酸溶液(1+1)后用水稀释至 100 mL。

6.7 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg;

用移液管移取 50.0 mL 按 GB/T 602 配置或 5.00 mL 按 HG/T 3696.2 配置的砷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液一星期内使用。

用移液管移取上述砷标准溶液 2.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸,稀释至刻度后摇匀。此溶液现用现配。

6.8 乙酸铅脱脂棉。

7 仪器、设备

分光光度计:带 1 cm 吸收池。

8 分析步骤

8.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 50 mL 烧杯中,加入 5 mL 硫酸溶液,加热,微沸 2 min。冷却后完全转移至定砷瓶中,加入 25 mL 酒石酸溶液,摇匀,加水至 40 mL。

8.2 空白试验溶液的制备

空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入试剂的种类和量与测定试验相同。

8.3 工作曲线绘制

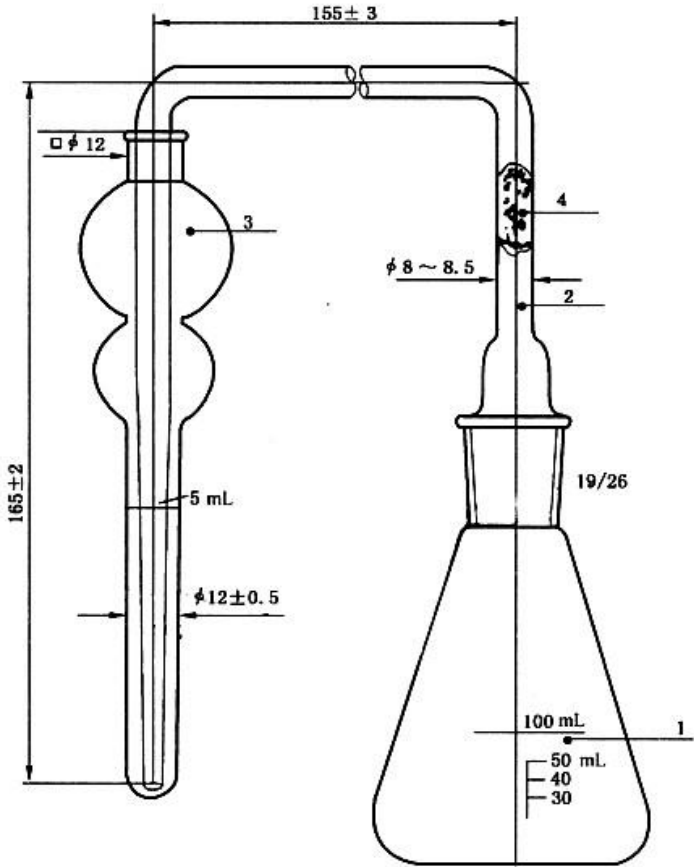
准确吸取砷标准溶液:0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 分别置于六个砷发生瓶中,各加入硫酸溶液 10 mL,加水稀释至 40 mL,摇匀。按 8.4 操作后测其吸光度,求出回归方程,并以吸光度为纵坐标、砷的质量(mg)为横坐标绘制工作曲线。

8.4 还原反应与比色测定

于试样溶液和工作曲线溶液中分别加入 2 mL 碘化钾溶液,摇匀,再加入 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,摇匀,静置 15 min。

移取 5.00 mL Ag-DDTC-三乙胺-三氯甲烷溶液置于干燥的吸收瓶中,连接好发生吸收装置(密闭,导管塞有蓬松的乙酸铅棉花)(见图 1)。向发生瓶中迅速加入 3 g 无砷锌粒,反应 45 min(当室温低于 15 °C 时,反应延长至 1 h)。反应中轻摇发生瓶 2 次,反应结束后,取下吸收瓶,用三氯甲烷定容至 5 mL,摇匀。立即用 1 cm 吸收池进行测定,以原吸收液为参比,在 520 nm 处,测定吸光度。用试验溶液吸光度减去空白试验的吸光度,再从工作曲线上查出试验溶液中砷的质量。

单位为毫米



- 1——砷化氢发生器；
- 2——导气管；
- 3——吸收瓶；
- 4——乙酸铅棉花。

图 1 砷化氢发生及吸收装置

9 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{m_1}{10m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——由工作曲线查得的被测试样溶液的砷质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2%。