

ICS 71.060.50
X 35



中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.13—2012
代替 GB/T 13025.13—1994

制盐工业通用试验方法 砷的测定

General test method in salt industry—Determination of arsenic

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2012-06-29 发布

2012-12-01 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

本部分为制盐工业通用试验方法系列标准之一,该系列标准目前分为以下 13 部分,必要时,其他试验方法标准将在后续工作中补充制定。

- GB/T 13025.1 制盐工业通用试验方法 粒度的测定;
- GB/T 13025.2 制盐工业通用试验方法 白度的测定;
- GB/T 13025.3 制盐工业通用试验方法 水分的测定;
- GB/T 13025.4 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定;
- GB/T 13025.5 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定;
- GB/T 13025.6 制盐工业通用试验方法 钙和镁的测定;
- GB/T 13025.7 制盐工业通用试验方法 碘的测定;
- GB/T 13025.8 制盐工业通用试验方法 硫酸根的测定;
- GB/T 13025.9 制盐工业通用试验方法 铅的测定;
- GB/T 13025.10 制盐工业通用试验方法 亚铁氰根的测定;
- GB/T 13025.11 制盐工业通用试验方法 氟的测定;
- GB/T 13025.12 制盐工业通用试验方法 钡的测定;
- GB/T 13025.13 制盐工业通用试验方法 砷的测定。

本部分为 GB/T 13025 的第 13 部分。

本部分依据 GB/T 1.1—2009 的规则编制。

本部分代替 GB/T 13025.13—1994《制盐工业通用试验方法 砷离子的测定》,本部分与 GB/T 13025.13—1994 相比除编辑性修改外主要变化如下:

——增加了氢化物原子荧光光度法。

本部分由中国轻工业联合会提出,全国盐业标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:全国海湖盐标准化中心、全国井矿盐标准化中心。

本部分主要起草人:赵毅、于秀玲、任青考、孙劲松、廖宣成、沈敏、魏瑜。

本部分历次版本发布情况为:

——GB/T 13025.13—1994。

制盐工业通用试验方法 砷的测定

1 范围

GB/T 13025 的本部分规定了盐产品中砷的测定方法。
本部分适用于盐产品中砷的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的,凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件,凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

4 氢化物原子吸收分光光度法

4.1 原理

在酸性溶液中砷与硼氢化钠反应生成三氢化砷,由氩气载入电热石英吸收管原子化后,吸收 193.7 nm 共振线,其吸收值固定条件下与砷含量成正比,与标准系列比较定量。

4.2 试剂

4.2.1 盐酸溶液(1+1)

量取 250 mL 浓盐酸,溶于 250 mL 水中。

4.2.2 碘化钾-硫脲溶液

称取 2.0 g 碘化钾和 0.20 g 硫脲于 50 mL 烧杯中,加水 10 mL,微热,使之溶解,用时新配。

4.2.3 硼氢化钠溶液(15 g/L)

称取 1.50 g 硼氢化钠和 0.30 g 氢氧化钠,溶于 100 mL 水中,用时新配。

4.2.4 盐酸溶液(1+99)

量取 5.0 mL 浓盐酸溶于 495 mL 水中。此溶液为载液。

4.2.5 砷标准储备液(0.1 mg/mL)

准确称取 0.132 0 g 经 105 °C 干燥 2 h 以上并置干燥器中冷却至室温的三氧化二砷(As_2O_3)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),待溶解后,以酚酞作指示剂,用 10% 硫酸中和,然

后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,备用。

4.2.6 砷标准使用液(1.0 μg/mL)

吸取 1.0 mL 砷标准储备液(4.2.5)于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度。

4.3 仪器

4.3.1 原子吸收分光光度计。

4.3.2 氢化物发生器。

4.4 分析步骤

4.4.1 标准曲线

分别吸取 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.15 mL、0.20 mL 砷标准使用液(4.2.6)于 5 支 25 mL 比色管中,加入 2.0 mL 盐酸溶液(4.2.1),0.5 mL 碘化钾-硫脲溶液(4.2.2),加约 10 mL 水,摇匀。于(80~90)°C 水浴上加热 30 min,取出冷却后加水至刻度,摇匀,此溶液含砷量分别为 0 μg/mL、0.002 μg/mL、0.004 μg/mL、0.006 μg/mL、0.008 μg/mL。以盐酸溶液(4.2.4)为载液,将硼氢化钠溶液(4.2.3)及标准系列溶液用流动注射氢化物发生器分别进样,测定吸光度。将测得的吸光度与对应砷浓度作图或计算出线性回归方程式。

4.4.2 试样测定

称取 20.00 g 试样,加水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。取 10.0 mL 溶液于 25 mL 比色管中,加入 2.0 mL 盐酸溶液(4.2.1),0.5 mL 碘化钾-硫脲溶液(4.2.2),摇匀。于(80~90)°C 水浴上加热 30 min,取出冷却后加水至刻度,摇匀。以盐酸溶液(4.2.4)为载液,将硼氢化钠溶液(4.2.3)及试样测定液用流动注射氢化物发生器进样测定其吸光度。与标准曲线比较或代入方程求出含量。

4.5 结果计算

试样中砷含量以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{\rho \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——试样测定液中砷含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样测定液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样测定液中试样质量,单位为克(g)。

4.6 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于算术平均值的 20%。

5 氢化物原子荧光光度法

5.1 原理

酸性条件下,三价砷与硼氢化钠反应生成砷化氢,由载气带人石英原子化器受热分解为原子态砷,

在特制砷空心阴极灯的照射下,基态砷原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度在固定条件下与砷含量成正比,与标准系列比较定量。

5.2 试剂

5.2.1 硼氢化钠溶液(15 g/L)

称取 3.00 g 硼氢化钠和 1.00 g 氢氧化钠,溶于 200 mL 水中,用时新配。

5.2.2 盐酸溶液(1+1)

按 4.2.1 的规定。

5.2.3 盐酸溶液(2+98)

量取 10.0 mL 浓盐酸溶于 490 mL 水中。此溶液为载液。

5.2.4 硫脲-抗坏血酸溶液

称取 10.0 g 硫脲,加约 80 mL 水,加热溶解,冷却后加入 10.0 g 抗坏血酸,稀释至 100 mL。

5.2.5 砷标准储备液(0.1 mg/mL)

按 4.2.5 的规定。

5.2.6 砷标准使用液(1.0 μg/mL)

按 4.2.6 的规定。

5.3 仪器

5.3.1 原子荧光光度计。

5.3.2 特制砷空心阴极灯。

5.4 分析步骤

5.4.1 系列标准溶液配制

分别吸取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL 砷标准使用液(5.2.6)于 5 支 25 mL 比色管中,加 2.5 mL 盐酸(5.2.2),5.0 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(5.2.4),加水至刻度,混匀,放置 30 min 后待测。此溶液含砷量分别为 0 μg/mL、0.004 μg/mL、0.008 μg/mL、0.012 μg/mL、0.016 μg/mL。

5.4.2 试样测定液配制

准确称取 2.00 g 试样于 25 mL 比色管中,加约 10 mL 水溶解,加 2.5 mL 盐酸(5.2.2),5.0 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(5.2.4),加水至刻度,混匀,放置 30 min 后待测。

5.4.3 仪器参考条件

负高压:300 V;灯电流:总电流 50 mA,主辅阴极各 25 mA(高性能双阴极元素灯);原子化器高度:8 mm;载气流量:300 mL/min;屏蔽气流量:900 mL/min。

5.4.4 试样测定

开机,设定仪器最佳条件,点燃原子化器炉丝,稳定 30 min 后,以盐酸溶液(5.2.3)为载液,将硼氢

化钠溶液(5.2.1)、系列标准溶液及试样测定液吸入原子荧光光度计中,开始测定系列标准溶液及试样测定液的荧光强度。将测得的标准系列荧光强度与对应砷浓度作图或计算出线性回归方程式,根据试样测定液的荧光强度求出砷的浓度。

5.5 结果计算

按 4.5 的规定。

5.6 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

6 砷斑法

6.1 原理

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将高价砷还原为三价砷,加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使三价砷进一步还原为砷化氢。砷化氢气体与溴化汞试剂作用,产生棕黄色的砷斑,用于砷的目视比色法测定。

6.2 试剂和材料

6.2.1 无砷锌粒

选直径约 2 mm 左右锌粒。

6.2.2 盐酸溶液(1+1)

按 4.2.1 的规定。

6.2.3 碘化钾溶液(150 g/L)

称取 7.5 g 碘化钾于 100 mL 烧杯中,加水 50 mL,用时新配。

6.2.4 氯化亚锡溶液(50 g/L)

称取 2.5 g 氯化亚锡,溶于 50 mL 盐酸溶液(6.2.2),加热溶解,冷却备用,用时新配。

6.2.5 乙酸铅棉花

取脱脂棉花,用乙酸铅(100 g/L)溶液润湿后,除去过多的溶液,并使疏松,在 100 °C 以下干燥后,保存于密闭的瓶中。

6.2.6 溴化汞试纸

称取 1.25 g 溴化汞,溶于 25 mL 乙醇,将剪成直径 2 cm 的圆形滤纸片放入该溶液中浸泡 1 h 以上,取出于暗处晾干,保存于密闭的棕色瓶中。

6.2.7 砷标准储备液(0.1 mg/mL)

按 4.2.5 的规定。

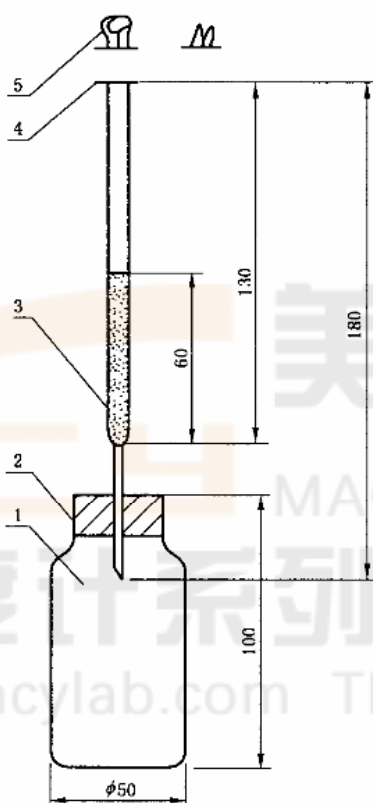
6.2.8 砷标准使用液($1.0 \mu\text{g} / \text{mL}$)

按 4.2.6 的规定。

6.3 仪器和装置

6.3.1 一般实验室仪器。

6.3.2 测砷装置如图 1 所示。



说明:

- 1——锥形瓶;
- 2——橡皮塞;
- 3——玻璃测砷管;
- 4——管口;
- 5——玻璃帽。

图 1 定砷器

6.3.3 锥形瓶

容积为 100 mL。

6.3.4 玻璃测砷管

全长 180 mm, 上粗下细, 自管口向下至 130 mm 一段的内径约为 6.5 mm, 自此以下逐渐狭细, 末端内径为 1 mm~3 mm, 近末端 1 cm 处有一孔, 直径 2 mm, 狭细部分紧密插入橡皮塞中, 使下部伸出

至小孔恰在橡皮塞下面。上部较粗部分装入乙酸铅棉花,高 50 mm~60 mm。玻璃管的上端管口表面磨平,下面两侧各有一钩,供固定玻璃帽用。

6.3.5 玻璃帽

下面磨平,上面有弯月形凹槽,中央有孔与玻璃管相通,孔直径 6.5 mm。使用时将玻璃帽盖在玻璃管的管口,使圆孔互相吻合,中间夹一溴化汞试纸,用橡皮圈或其他适宜的方法将玻璃帽与玻璃管固定。

6.4 分析步骤

标准砷斑制备:吸取 2.50 mL 砷标准使用液(6.2.8)置于锥形瓶中,加 25 mL 水,加 15 mL 盐酸溶液(6.2.2)、5 mL 碘化钾溶液(6.2.3)、1 mL 氯化亚锡溶液(6.2.4)摇匀,放置 10 min。加 3 g 无砷锌粒(6.2.1),立即塞上预先装有乙酸铅棉花(6.2.5)及溴化汞试纸(6.2.6)的测砷管,在室温下放置 40 min~60 min,同时作试剂空白试验。

试样砷斑制备:称取 5 g 试样,称准至 0.01 g,置于锥形瓶中,以下步骤与标准同时同样处理。

6.5 结果表示

试样砷斑所呈黄色不深于标准砷斑黄色为合格,否则为不合格。

7 银盐法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

7.1 原理

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将高价砷还原为三价砷。加锌粒与酸作用产生新生态氢,使三价砷进一步还原为砷化氢。砷化氢气体被二乙基二硫代氨基甲酸银溶液吸收,生成红色络合物,用分光光度法测定。

7.2 试剂

7.2.1 二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷溶液(银盐溶液)

称取 0.2 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用少量三氯甲烷溶解,加入 3 mL 三乙醇胺,用三氯甲烷稀释至 100 mL。静置过液,过滤,贮于棕色瓶中。

7.2.2 其他试剂

按 6.2.1、6.2.2、6.2.3、6.2.4、6.2.5、6.2.7、6.2.8 的规定。

7.3 仪器和装置

7.3.1 一般实验室仪器。

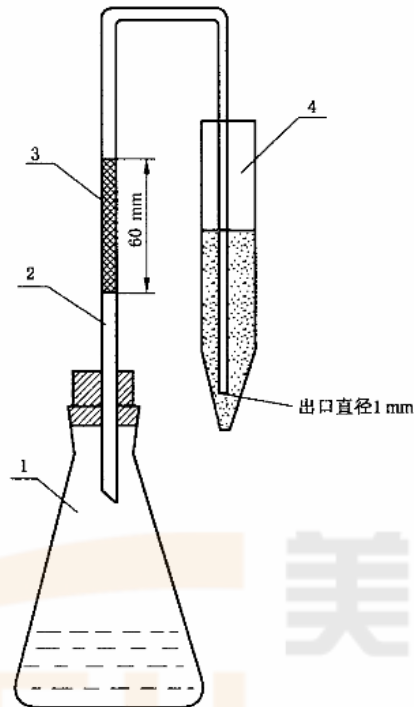
7.3.2 分光光度计。

7.3.3 测砷装置如图 2 所示。

7.3.4 磨口锥形瓶:容积 100 mL,19 号标准口。

7.3.5 导气管:管口 19 号标准口与磨口锥形瓶密合时不应漏气。管的另一端管径为 1.0 mm。

7.3.6 吸收管:5 mL 离心管作吸收管用。



说明:

- 1——100 mL 锥形瓶;
 2——导气管;
 3——乙酸铅棉花;
 4——5 mL 刻度离心管。

图 2 测砷装置

7.4 分析步骤

称取 5 g 试样,称准至 0.01 g,置于 100 mL 磨口锥形瓶中,加水至 25 mL。

吸取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 砷标准使用液(6.2.8)(相当于 0.00 μg 、2.00 μg 、4.00 μg 、6.00 μg 、8.00 μg 砷),分别置于 100 mL 磨口锥形瓶中,加水至 25 mL。

于试样溶液、试剂空白及砷标准溶液中各加 15 mL 盐酸(6.2.2)、5 mL 碘化钾溶液(6.2.3)、1 mL 氯化亚锡溶液(6.2.4),混匀,放置 15 min。各加入 3 g 无砷锌粒(6.2.1),立即塞上装有乙酸铅棉花(6.2.5)的导气管,并使管尖端插入装有 5.00 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷溶液(银盐溶液)(7.2.1)的吸收管中的液面下,在室温下反应 30 min~50 min(室温高要适当减少反应时间,室温低要适当增加反应时间),取下吸收管,用 1 cm 吸收池,在 520 nm 波长处,以试剂空白为参比,测量吸光度。

将标准系列中砷质量(单位为微克)与对应的吸光度绘制标准工作曲线,由试样溶液测得吸光度从标准曲线上查出相应的砷质量(单位为微克),计算结果。

7.5 结果计算

试样中砷含量以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$\omega = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——由标准曲线上查出试液中砷质量,单位为微克(μg);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

M **MACY** **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686



GB/T 13025.13-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-45434

定价: 16.00 元