



中华人民共和国国家标准

GB/T 6276.7—2010
代替 GB/T 6276.7—1986

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

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

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

1 范围

GB/T 6276 的本部分规定了采用二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定工业用碳酸氢铵的砷含量。

本部分适用于工业用碳酸氢铵中砷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 6276 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。

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

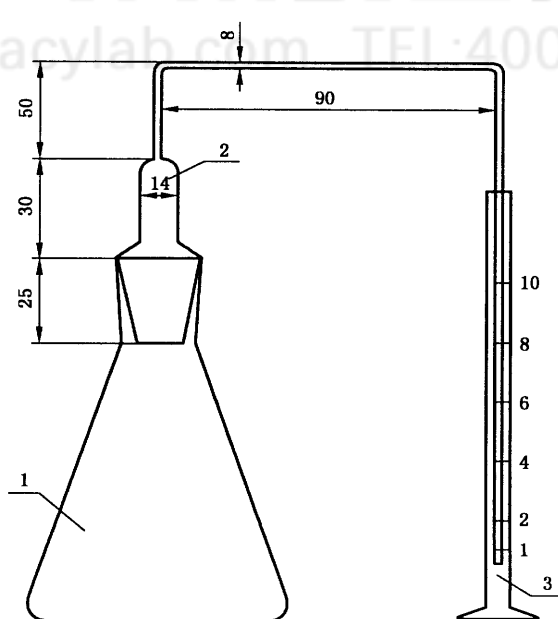
3 原理

在酸性条件下，用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，在最大吸收波长 540 nm 处，用分光光度计测定其吸光度，计算出砷含量。

4 仪器设备

4.1 分光光度计，带 1 cm 比色皿。

4.2 定砷仪，见图 1。



- 1——100 mL 锥形瓶，用于发生砷化氢；
2——连接管，用于捕集硫化氢；
3——10 mL 量筒，吸收砷化氢用。

图 1 定砷仪

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 μg/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:

$$w_1 = \frac{m_1}{m \times 1\,000\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查出的试液中砷的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后五位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于100%。

 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