



中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.13—94

制盐工业通用试验方法 砷离子的测定

General test method in salt industry—
Determination of arsenic ion

1994-07-06 发布

1995-02-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

制盐工业通用试验方法 砷离子的测定

GB/T 13025.13—94

General test method in salt industry—
Determination of arsenic ion

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食用盐中砷离子的测定方法。

本标准适用于制盐工业中食用盐及盐化工产品中砷离子含量的测定。

2 引用标准

GB 6682 实验室用水规格

GB 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

JJG 694 原子吸收分光光度计

3 第一法 原子吸收分光光度法

3.1 原理

在酸性溶液中砷与硼氢化钠反应生成三氢化砷,然后用原子吸收分光光度法测定。

3.2 仪器

原子吸收分光光度计,符合 JJG 694 的要求,并带有氢化物发生器附件和记录器,Eppendorf 微量吸移管。

仪器参数选定:波长 193.7 nm;光谱带宽 0.7 nm;T 形石英管吸收池,光程 15 cm,清洗气流氮气,流量 100 mL/min,石英池可用火焰加热或用电热加热至 900℃。

3.3 试剂和溶液

本方法用水应符合 GB 6682 中一级水要求;所用试剂为分析纯和高纯。

3.3.1 砷标准溶液:1 mL 溶液含 1 000 μg As^{3+}

称取三氧化二砷 0.132 0 g,准确至 0.1 mg,置于 100 mL 烧杯中,加入 5.0 mL 100 g/L 氢氧化钠溶液至溶解后,以酚酞作指示剂,用 10%硫酸中和,然后移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀备用。

3.3.2 砷标准工作溶液:1 mL 溶液含 1.00 μg As^{3+}

吸取 100 μL 砷标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

3.3.3 盐酸(GB 622):1+1 溶液。

3.3.4 碘化钾-硫脲还原溶液

称取 2.0 g 碘化钾(GB 1272)和 0.20 g 硫脲(HG 3—979)于 50 mL 烧杯中,加水 10 mL,微热,使之溶解,用时现配。

3.3.5 硼氢化钠溶液:10 g/L 溶液

称取 1.00 g 硼氢化钠(NaBH_4),溶于 100 mL 0.001 mol/L 氢氧化钠溶液中,用时现配。

国家技术监督局 1994-07-06 批准

1995-02-01 实施

3.4 分析步骤

3.4.1 标准曲线

取 25 mL 比色管, 分别加入 2.0 mL 盐酸(1+1)溶液, 0.5 mL 碘化钾-硫脲还原溶液, 加水至 25 mL, 摇匀。分别取 3.0 mL 此溶液 4 份于氢化物发生器, 用微量吸移管分别依次加入砷标准工作液 0、20、40、60 μL , 并分别测定其吸光度, 与对应的砷浓度作图。

3.4.2 样品测定

称取样品 20.00 g, 加水溶解后并移入 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(1+1)溶液, 摇匀, 加塞子于 80~90℃ 水浴上加热 30 min, 然后加入 0.5 mL 碘化钾-硫脲还原液, 再置于沸水浴 5 min, 取出冷却后加水至 25 mL, 摇匀, 取 3 mL 于氢化物发生器内, 加硼氢化钠溶液, 测定吸光度, 从标准曲线查得砷量并计算样品中砷含量。

3.5 结果计算

$$\omega(\text{As})/10^{-6} = \frac{\rho \times V}{m_s} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $\omega(\text{As})/10^{-6}$ —— As(总)含量, $\mu\text{g/g}$;

ρ —— 测得 As(总)量, $\mu\text{g/mL}$;

V —— 测定试样溶液体积, mL;

m_s —— 测定所取样品质量, g。

4 第二法 砷斑法

4.1 原理

在酸性溶液中, 用碘化钾和氯化亚锡将砷(五价)还原为砷(三价), 加锌粒与酸作用, 产生新生态氢, 使砷(三价)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(汞砷化合物), 用于砷的目视比色法测定。

4.2 仪器和装置

4.2.1 一般实验室仪器。

4.2.2 测砷装置, 如图 1 所示。

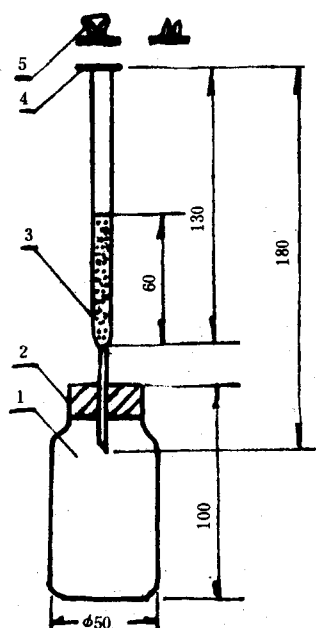


图 1 定砷器

1—锥形瓶; 2—橡皮塞; 3—玻璃测砷管; 4—管口; 5—玻璃帽

4.2.2.1 锥形瓶:容积为 100 mL。

4.2.2.2 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 1~3 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 50~60 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。

4.2.2.3 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。

4.3 试剂和材料

本方法所用试剂未注明要求时,均使用分析纯试剂;实验室用水应符合 GB 6682 中三级水的规格。

4.3.1 盐酸(GB 622):(1+1)溶液。

4.3.2 碘化钾(GB 1272):150 g/L 溶液(用时新配)。

4.3.3 氯化亚锡(GB 638):50 g/L 溶液(用时新配)。

称取 2.5 g 氯化亚锡,溶于 50 mL 盐酸(1+1)溶液,加热溶解,冷却备用。

4.3.4 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℃ 以下干燥后,保存于密闭的瓶中。

4.3.5 无砷锌粒(GB 2304):选直径约 2 mm 左右锌粒。

4.3.6 砷标准溶液:1 mL 溶液含 0.100 mg As^{3+}

称取 0.132 g 在硫酸干燥器中干燥过的三氧化二砷,溶于 10 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L)中,加水至 500 mL 后,加 10 mL $(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$ 硫酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀至刻度,摇匀。

4.3.7 砷标准工作溶液:1 mL 溶液含 1.00 μg As^{3+}

吸取 1.00 mL 砷标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

4.3.8 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。

4.4 分析步骤

称取 5 g 试样,称准至 0.01 g,置于锥形瓶中,加水至 25 mL,加 15 mL 盐酸溶液,5 mL 碘化钾溶液,1 mL 二氯化锡溶液摇匀,放置 10 min。加 3 g 锌粒,立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管,在室温下放置 40~60 min,取出试样及试剂空白的溴化汞试纸与标准砷斑比较。

标准是吸取 2.50 mL 砷标准工作液置于锥形瓶中,以下步骤与试样同时同样处理,并同时作试剂空白试验。

4.5 结果的表示

试样溴化汞试纸所呈黄色低于或等于所取砷标准工作溶液之溴化汞试纸棕黄色为合格,否则为不合格。

5 第三法 银盐法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

5.1 原理

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将砷(五价)还原为砷(三价)。加锌粒与酸作用产生新生态氢,使砷(三价)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。

5.2 仪器和装置

5.2.1 一般实验室仪器。

5.2.2 分光光度计:符合 GB 9721 规定。

5.2.3 测砷装置,如图2所示。

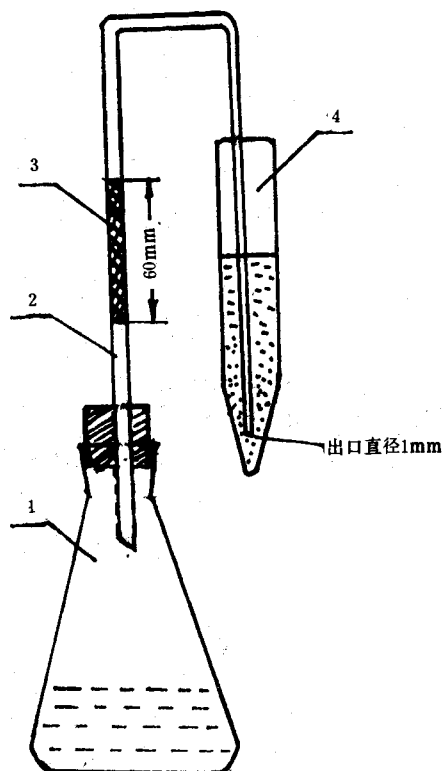


图 2

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

5.2.3.1 磨口锥形瓶:容积100 mL,19号标准口。

5.2.3.2 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。

5.2.3.3 吸收管:5 mL 离心管作吸收管用。

5.3 试剂和溶液

5.3.1 同砷斑法4.3.1~4.3.7。

5.3.2 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺-三氯甲烷溶液

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。静置过夜,过滤,贮于棕色瓶中。

5.4 分析步骤

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

吸取0.00,2.00,4.00,6.00,8.00 mL 砷标准工作液(相当于0.00,2.00,4.00,6.00,8.00 μg 砷),分别置于100 mL 磨口锥形瓶中,加水至25 mL。

于样品溶液、试剂空白及砷标准溶液中各加盐酸15 mL,碘化钾溶液5 mL,氯化亚锡溶液1 mL,混匀,放置15 min。各加入3 g 无砷锌粒,立即塞上将装有乙酸铅棉花的导气管,并使管尖端插入装有5.00 mL 银盐溶液的吸收管中的液面下,在室温下反应30~50 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,加三氯甲烷补足5.00 mL。用1 cm 吸收池,在波长520 nm 处,以试剂空白为参比,测量其吸光度,以砷标准的量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量,计算结果。

5.5 计算

$$\omega(\text{As})/10^{-6} = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 —— 由标准曲线上查出试液中砷含量, μg ;

m —— 试样质量, g 。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由全国海湖盐标准化中心、全国井矿盐标准化中心归口。

本标准第一法由全国海湖盐标准化中心负责起草, 第二法、第三法由全国井矿盐标准化中心负责起草。

本标准第一法主要起草人李炳权、李孟华, 第二法、第三法主要起草人张能君、沈敏。

(京)新登字 023号

GB/T 13025.13—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
制 盐 工 业 通 用 试 验 方 法
砷 离 子 的 测 定
GB/T 13025.13—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

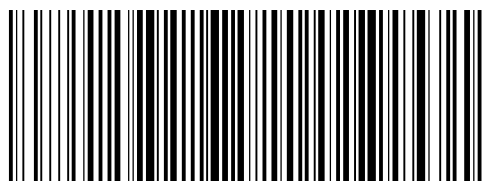
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 9千字
1994年 12月第一版 1994年 12月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-11212 定价 8.00 元

*

标 目 253—36



GB/T 13025.13-1994