



中华人民共和国国家标准

GB/T 7686—2008
代替 GB/T 7686—1987

化工产品中砷含量测定的通用方法

Chemical products for industrial use—
General method for the determination of arsenic

(ISO 2590:1973, General method for the determination of arsenic—
Silver diethyldithiocarbamate photometric method, MOD)

2008-06-18 发布

2009-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 工 产 品 中 砷 含 量 测 定 的 通 用 方 法
GB/T 7686—2008

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话 : 68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 18 千 字
2008 年 9 月 第 一 版 2008 年 9 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-33546

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68533533

前 言

本标准修改采用 ISO 2590:1973《砷含量测定的通用方法 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法》。

本标准根据 ISO 2590:1973 重新起草。为了方便比较,在资料性附录 A 中列出了本标准章条编号和 ISO 2590:1973 章条编号的对照一览表。

本标准与 ISO 2590:1973 相比主要差异如下:

- 将标准的名称改为“化工产品中砷含量测定的通用方法”;
- 删除了国际标准的封面和前言;
- 增加了规范性引用文件;
- 将国际标准中的计量单位“N”修改为“mol/L”;
- 在“结果计算”中增加了一种砷质量的计算方式;
- 增加了资料性附录 A、资料性附录 C 和资料性附录 D。

本标准代替 GB/T 7686—1987《化工产品中砷含量测定的通用方法》。

本标准与 GB/T 7686—1987 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件;
- 增加了安全提示;
- 在“结果计算”中增加了一种砷质量的计算方式;
- 将原标准的附录 A 改为附录 C,附录 C 改为附录 D,增加了资料性附录 A;
- 将干扰测定的含义修改为“系指某种离子对 10 μg 砷的测定所引起的误差超过 $\pm 5\%$ 以上”。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 均为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会(SAC/TC 63/SC 7)归口。

本标准起草单位:南化集团研究院。

本标准主要起草人:冯俊婷、邹惠玲、邱爱玲、曾飞、曹文珠、张汝爱。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 7686—1987。

化工产品中砷含量测定的通用方法

1 范围

本标准适用于测定砷含量在(1~20) μg 范围内的试液。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

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

3 试验方法

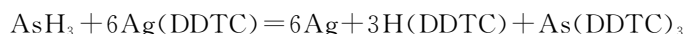
安全提示——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

本标准中所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。所有试剂,特别是锌粒,应不含砷或仅含极微量的砷。

3.1 原理

在盐酸介质中,用锌还原砷,生成砷化氢,导入二乙基二硫代氨基甲酸银 $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$ 吡啶溶液中,生成紫红色的可溶性胶态银,在最大吸收波长 540 nm 处,对其进行吸光度的测量。

生成胶态银的反应式是:



3.2 试剂和材料

3.2.1 盐酸。

3.2.2 锌粒:粒径为(0.5~1)mm。若用其他形状的锌,须经实验证明,在规定的检验条件下(参见附录 B)能给出相同的结果。

3.2.3 二乙基二硫代氨基甲酸银 $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$ 吡啶溶液(二乙基二硫代氨基甲酸银的精制方法参见附录 C):5 g/L。

溶解 1 g 二乙基二硫代氨基甲酸银于吡啶(密度约 0.980 g/mL)中,并用吡啶稀释至 200 mL,贮于密闭棕色玻璃瓶中,避免光线照射,有效期为两周。

3.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

3.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

溶解 40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 25 mL 水和 75 mL 盐酸(3.2.1)的混合液中。

3.2.6 氢氧化钠溶液:50 g/L。

3.2.7 砷标准溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

准确称取 0.132 0 g 三氧化二砷(优级纯),置于 100 mL 烧杯中,用 2 mL 氢氧化钠溶液(3.2.6)溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.2.8 砷标准溶液:2.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

吸取 25.0 mL 砷标准溶液(3.2.7),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时现配。

3.2.9 乙酸铅脱脂棉:溶解 50 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 于 250 mL 水中,用此溶液将脱脂棉浸