

ICS 71.040.40
G 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 7686—2016
代替 GB/T 7686—2008

化工产品中砷含量测定的通用方法

General method for determination of arsenic content of chemical products

2016-12-13 发布

2017-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 7686—2008《化工产品中砷含量测定的通用方法》，与 GB/T 7686—2008 相比主要变化如下：

- 增加了 Ag(DDTC) 三氯甲烷溶液作为二乙基二硫代氨基甲酸银光度法的吸收液(见 3.3, 2008 年版 3.2)；
- 增加了原子荧光光度法(见第 4 章)；
- 删除了原标准的附录 A, 将原标准的附录 B 改为附录 A, 附录 C 改为附录 B, 附录 D 改为附录 C, 增加了资料性附录 D(见附录 A~附录 D, 2008 年版的附录 A~附录 D)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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、云南省产品质量监督检验研究院、山东省产品质量检验研究院、吉林吉恩镍业股份有限公司。

本标准主要起草人：邱爱玲、他德洪、冯俊婷、杜伯会、朱艳峰、李少华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7686—1987、GB/T 7686—2008。

化工产品中砷含量测定的通用方法

警示——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,使用者应严格按照有关规定正确使用,并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了测定化工产品中砷的通用方法。

本标准中的二乙基二硫代氨基甲酸银光度法适用于砷含量在 $1\ \mu\text{g}\sim 20\ \mu\text{g}$ 范围内的溶液测定,原子荧光光度法适用于砷含量在 $0.005\ \mu\text{g}\sim 2.5\ \mu\text{g}$ 范围内的溶液测定。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

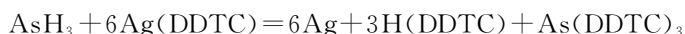
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

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[Ag(DDTC)]吡啶或三氯甲烷溶液中,生成紫红色的可溶性胶态银,在最大吸收波长 $540\ \text{nm}$ 处,对其进行吸光度的测量。

生成胶态银的反应式是:



3.2 一般规定

本方法中所用的试剂和水,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。

3.3 试剂和材料

3.3.1 盐酸。

3.3.2 锌粒:粒径为 $0.5\ \text{mm}\sim 1\ \text{mm}$ 。若用其他形状的锌,应经实验证明,在规定的检验条件下(参见附录 A)能给出相同的结果。

3.3.3 吸收液 A:二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液[简称 Ag(DDTC) 吡啶溶液], $5\ \text{g/L}$ 。

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

二乙基二硫代氨基甲酸银的精制方法参见附录 B。

3.3.4 吸收液 B:二乙基二硫代氨基甲酸银三氯甲烷溶液[简称 Ag(DDTC) 三氯甲烷溶液], $2.5\ \text{g/L}$ 。

称取 $0.25\ \text{g}$ 二乙基二硫代氨基甲酸银,研碎后用适量三氯甲烷溶解。加入 $1.0\ \text{mL}$ 三乙醇胺,再用