

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 610—2008  
代替 GB/T 610.1—1988、GB/T 610.2—1988

## 化学试剂 砷测定通用方法

Chemical reagent—General method for the determination of arsenic

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—  
Part 1: General test methods, NEQ)

2008-05-15 发布

2008-11-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
化学试剂 砷测定通用方法  
GB/T 610—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](http://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 0.5 字数 8 千字  
2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-32494

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

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂——第一部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 610.1—1988《化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)》和 GB/T 610.2—1988《化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)》,与 GB/T 610.1—1988、GB/T 610.2—1988 相比主要变化如下:

- 增加了砷斑法测定的范围(本版的第 1 章);
- 明确了砷斑法为限量法、二乙基二硫代氨基甲酸银法为定量法(本版的 4.1.1、4.2.1);
- 取消了 GB/T 610.2 中的附录 A(1988 年版的附录 A)。

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化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:上海化学试剂研究所。

本标准主要起草人:隋琦颖、盛晓华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 610—1965、GB/T 610—1977、GB/T 610.1—1988;
- GB/T 610—1965、GB/T 610—1977、GB/T 610.2—1988。

## 化学试剂 砷测定通用方法

### 1 范围

本标准适用于微量砷的测定。砷斑法适用于测量砷含量在  $1\ \mu\text{g}\sim 5\ \mu\text{g}$  (以 As 计)范围内的试液。二乙基二硫代氨基甲酸银法(AgDDTC)的检测范围在吸收液中为  $0.1\ \mu\text{g}/\text{mL}\sim 4\ \mu\text{g}/\text{mL}$ (以 As 计)。

### 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

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)

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

### 3 试剂

本标准中除另有规定外,所有标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规格。

### 4 测定

#### 4.1 砷斑法

##### 4.1.1 方法原理

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III)进一步还原为砷化氢。砷化氢气体与溴化汞试纸作用时,会因砷量的不同而产生不同深浅的棕黄色汞砷化合物,可用于砷的目视比色限量测定。

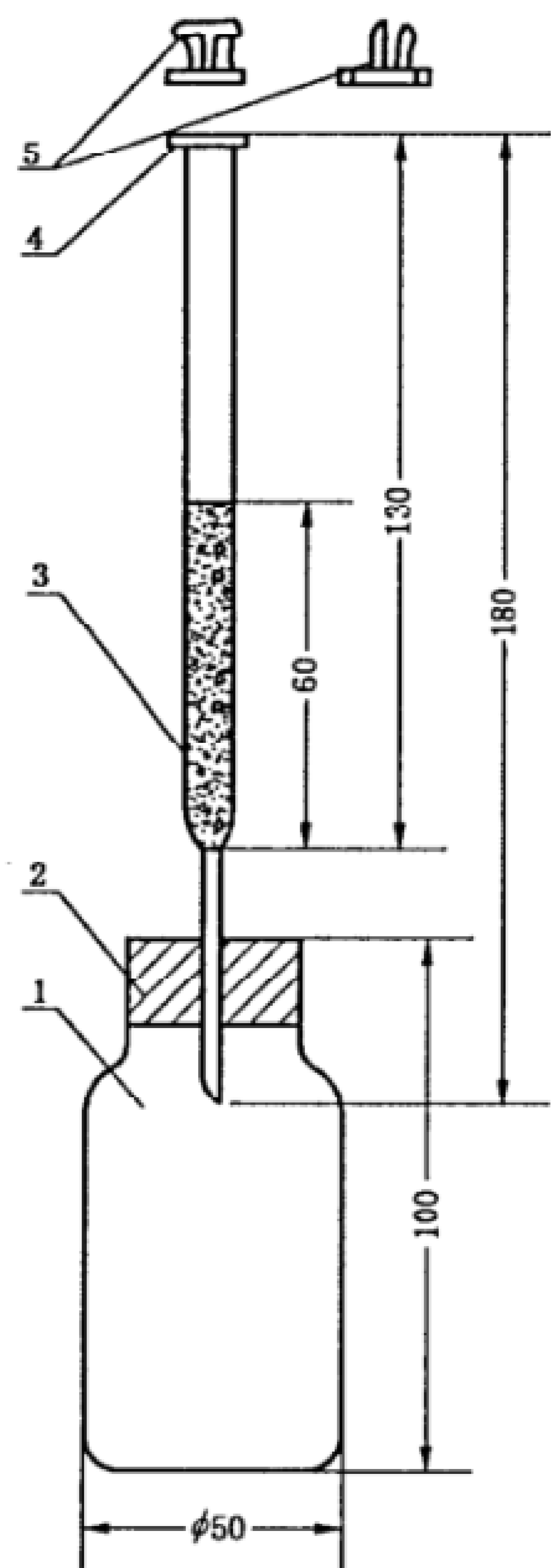
##### 4.1.2 仪器

###### 4.1.2.1 一般实验室仪器。

###### 4.1.2.2 定砷器装置

定砷器装置见图 1。测定前将溴化汞试纸夹在玻璃管上端管口及玻璃帽之间,用橡皮圈或其他方法将玻璃帽和玻璃管的上端管口固定。

单位为毫米



- 1——定砷瓶；
- 2——胶塞；
- 3——吸收管；
- 4——吸收管上端管口；
- 5——玻璃帽。

图 1 砷斑法定砷器装置

4.1.2.2.1 定砷瓶

定砷瓶为磨口锥形瓶或广口瓶，容积为 200 mL。

4.1.2.2.2 吸收管

吸收管可由长 180 mm 的玻璃管加工而成。吸收管上部直径为 6.5 mm，管的末端有一直径约为 2 mm 的孔。使用前装入乙酸铅棉花，高约 60 mm。吸收管的上端管口表面磨平，下面有四个耳钩，供固定玻璃帽用。

4.1.2.2.3 玻璃帽

玻璃帽下表面磨平，中央有孔与玻璃管相通，孔直径 6.5 mm，上面有弯月形凹槽。

4.1.3 测定方法

按产品标准的规定取样并制备试液，注入广口瓶或磨口锥形瓶中，稀释至 70 mL。加 6 mL 盐酸，摇匀，加 1 g 碘化钾及 0.2 mL 氯化亚锡溶液(400 g/L)，摇匀，放置 10 min。加 2.5 g 无砷锌粒，立即按图 1 装好装置，于暗处在 25℃~30℃放置 1 h~1.5 h。溴化汞试纸所呈棕黄色与标准比色试纸比较。

标准比色试纸的制备是取含规定量的砷(As)标准溶液，与样品同时同样处理。

4.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法

4.2.1 方法原理

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III)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三氯甲烷溶液吸收,生成紫红色产物,可用于砷的分光光度法或目视比色法的定量测定。有机碱的存在可增加吸收颜色的稳定性。

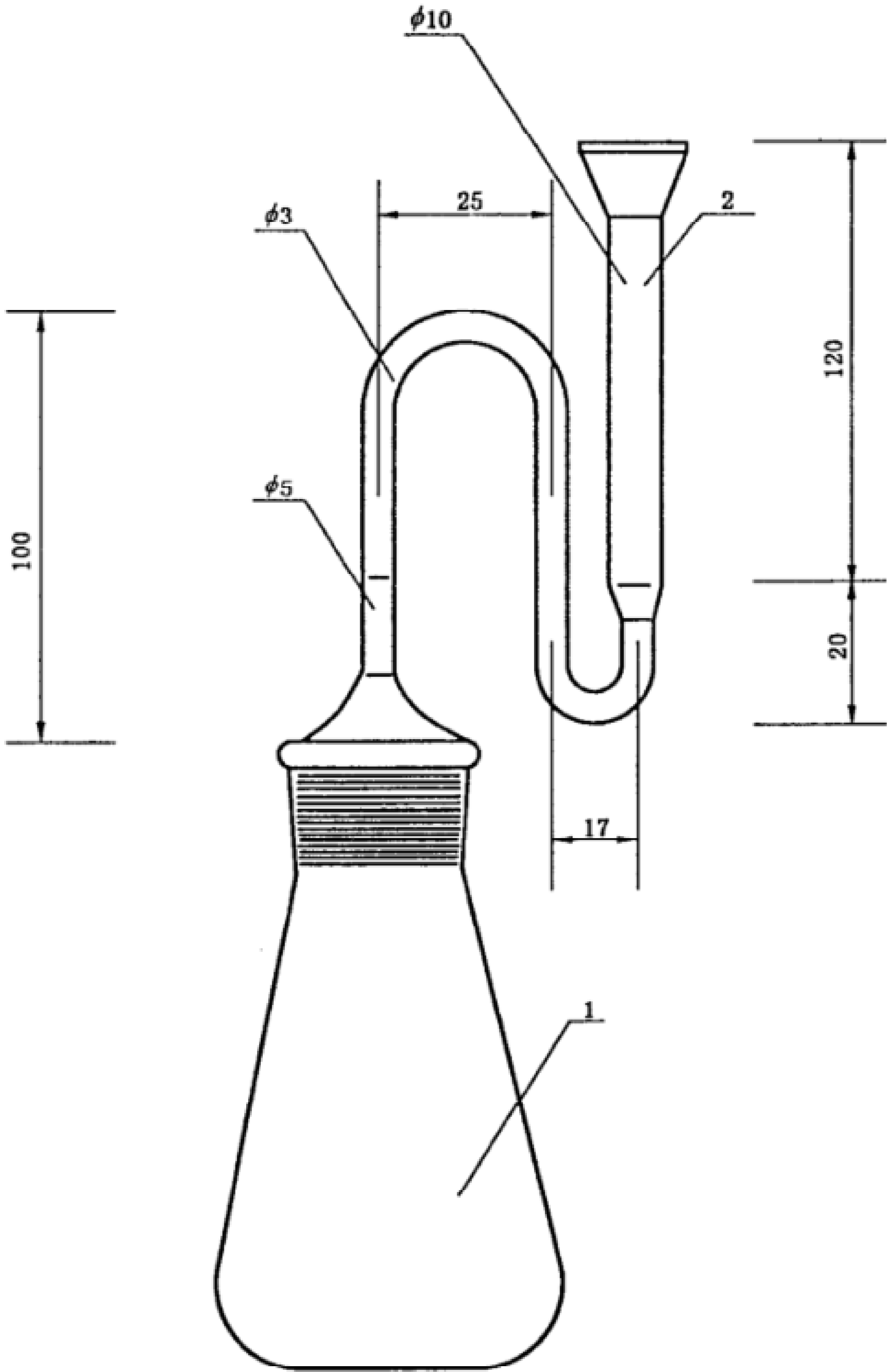
4.2.2 仪器

4.2.2.1 一般实验室仪器。

4.2.2.2 分光光度计应符合 GB/T 9721 的规定。

4.2.2.3 定砷器装置见图 2。

单位为毫米



1——定砷瓶;  
2——吸收管。

图 2 二乙基二硫代氨基甲酸银法定砷器装置

4.2.2.3.1 定砷瓶

定砷瓶为磨口锥形瓶,容积为 200 mL。

4.2.2.3.2 吸收管

吸收管加工尺寸见图 2,使用前应洗净烘干并装入乙酸铅棉花。

## 4.2.3 测定方法

按产品标准的规定取样并制备试液,注入定砷瓶中,加入 20 mL 氯化亚锡盐酸溶液、5 mL 碘化钾溶液(150 g/L)和 1 mL 五水合硫酸铜溶液(20 g/L),摇匀,此时溶液中的酸度  $c$  (以  $H^+$  计)应在 1.8 mol/L~2.6 mol/L 之间。于暗处放置 30 min~40 min,加 5 g 无砷锌粒(测无机酸中砷时加 8 g)于定砷瓶中,立即将塞有乙酸铅棉花、盛有 5 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液(吸收液)的吸收管装在定砷瓶上,反应 25 min~35 min(避免阳光直射。如果吸收液挥发太快,应注意补充三氯甲烷)。取下吸收管(勿使吸收液倒吸),用三氯甲烷将吸收液补充至 5 mL,混匀。溶液所呈紫红色与标准比色溶液比较。

标准比色溶液的制备是取含规定量的砷(As)标准溶液,稀释至规定的体积,必要时应补加适量盐酸,使标准比色溶液与试液的酸度和体积相同,与试液同时同样处理。

若用分光光度法测定,应按下述条件:测定波长为 510 nm,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比。

标准系列的配制,吸取不同量的砷(As)标准溶液,稀释至规定体积,必要时应补加适量盐酸,使标准比色溶液与试液的酸度和体积相同,与试液同时同样处理。

