

ICS 71.060.01

CCS G 10



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

无机化工产品中砷测定的通用方法 第三部分：原子荧光光谱法

General method for determination of arsenic in inorganic chemical products

Part 3: Atomic fluorescence spectrometry

(征求意见稿)

(草案)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 23947《无机化工产品中砷测定的通用方法》的第3部分，GB/T 23947已经发布了以下部分：

GB/T 23947.1-2009《无机化工产品中砷测定的通用方法第1部分：二乙基二硫代氨基甲酸银光度法》

GB/T 23947.2-2009《无机化工产品中砷测定的通用方法第2部分：砷斑法》

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：龙佰集团股份有限公司、江苏隆昌化工有限公司、浙江荣耀生物科技股份有限公司、蓝保、国投新疆罗布泊钾盐有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、

本文件主要起草人：

无机化工产品中砷测定的通用方法

第3部分：原子荧光光谱法

警示——按GB 12268—2012第6章的规定，本产品属第5类5.1项氧化性物质，操作时应小心谨慎。在试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

1 范围

本标准规定了无机化工产品中砷含量的测定方法 原子荧光光谱法。

本标准适用于使用原子荧光光谱仪对无机化工产品中的砷含量进行检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 21191 原子荧光光谱仪

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试验方法

4.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，按HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

4.2 原理

试样经加酸消解处理后，加入硫脲使五价砷还原为三价砷，再加入硼氢化钾使其进一步还原生成砷化氢，由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷，在砷元素灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在固定条件下与被测溶液中的砷浓度成正比，由此测得试样中的砷含量。

4.3 干扰与消除

4.3.1 酸性介质中能与硼氢化钾反应生成氢化物的元素会相互影响产生干扰,加入硫脲溶液(见 4.4.5)可以基本消除干扰。

4.3.2 高于一定浓度的铜等过渡金属元素可能对测定有干扰,加入硫脲溶液(见 4.4.5)可以消除绝大部分的干扰。在本标准的实验条件下,样品中含 100mg/L 以下的 Ca^{2+} 、50mg/L 以下的 Fe^{3+} 、1mg/L 以下的 Co^{3+} 、10mg/L 以下的 Pb^{2+} (对硒是 5 mg/L)和 150mg/L 以下的 Mn^{2+} (对硒是 2mg/L)不影响测定。

4.3.3 常见阴离子不干扰测定。

4.3.4 物理干扰消除。选用双层结构石英管原子化器,内外两层均通气,外面形成保护隔绝空气,使砷元素的基态原子不与空气中的氧和氮碰撞,降低荧光灭对测定的影响。

4.4 试剂和材料

4.4.1 盐酸(优级纯)。

4.4.2 硝酸(优级纯)。

4.4.3 盐酸溶液: 1+19。

4.4.4 硝酸溶液: 1+4。

4.4.5 硫脲溶液: 100 g/L。

4.4.6 硼氢化钾-氢氧化钠溶液: 称取 2.0 g 氢氧化钠和 10.0 g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中,用水溶解并稀释至 1000 mL,贮存于棕色瓶中,该溶液现用现配。

4.4.7 砷标准贮备液: 0.1 mg/mL。

4.4.8 砷标准溶液: 移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1.00 mL 含 1 μgAs 。该溶液现用现配。

4.5 仪器、设备

原子荧光光谱仪: 仪器性能指标符合 GB/T 21191 的规定,并配有砷元素灯。

4.6 分析步骤

4.6.1 玻璃仪器的预清洗

实验所用玻璃器皿使用前应于硝酸溶液浸泡 24 h,然后用水冲洗干净备用。

4.6.2 校准曲线的绘制

4.6.2.1 分别移取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 砷标准溶液于五个 100mL 容量瓶中,分别加入 10mL 盐酸,20mL 硫脲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、40 $\mu\text{g/L}$ 、80 $\mu\text{g/L}$ 。

4.6.2.2 仪器稳定后，以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，以盐酸溶液为载流溶液，在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标，相对应的砷的质量浓度（ $\mu\text{g/L}$ ）为横坐标绘制校准曲线或计算回归方程。

注：使用原子荧光光谱仪测定时，所需的硼氢化钾溶液浓度、载流溶液浓度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸度会因仪器的型号不同而有差异，使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

4.6.3 样品的测定

称取适量样品（精确至0.2 mg）或移取适量体积的稀释后的试样（根据原子荧光光谱仪的元素校准曲线范围及产品中要求的砷含量来确定），置于100 mL烧杯中。加30 mL水、1 mL~5 mL硝酸（硝酸的加入量以满足试样溶解为准），盖上表面皿煮沸约1 min，冷至室温后转移至100 mL容量瓶中。分别加入10 mL盐酸，20 mL硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按4.6.2.2的步骤进行测定（如有浑浊，使用中速定量滤纸干过滤后测定），由校准曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度的数值。

4.7 结果计算

砷含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{\rho V f \times 10^{-9}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——由校准曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V ——溶液体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=100$ ）；

f ——样品的稀释倍数（若是称取的试样，则 $f=1$ ）；

m_0 ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

4.8 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应符合相关产品标准的规定。