

DB13

河北省地方标准

DB13/T 2473—2017

五氧化二钒 砷含量测定 原子荧光光度法

Determination of Arsenic Content in Vanadium Pentoxide — the AFS Method

2017 – 03 – 29 发布

2017 – 06 – 01 实施

河北省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由承德市质量技术监督局提出。

本标准起草单位：承德出入境检验检疫局。

本标准起草人：杨亚君、纪欣欣、丁磊、陈桂荣。

五氧化二钒 砷含量测定 原子荧光光度法

1 范围

本标准规定了原子荧光光度法测定五氧化二钒中砷含量的方法。

本标准适用于五氧化二钒中砷含量的测定，测定范围（质量分数）：0.0001%～0.5%。

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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

YB/T 5304 五氧化二钒

3 原理

样品经硫酸溶解，在酸性介质中，用抗坏血酸进行预还原，以硫脲掩蔽杂质，在氢化物发生器中，砷被硼氢化钾还原为氢化物，用氩气导入石英炉原子化器中，于原子荧光光度计上测量其荧光强度。

4 试剂或材料

除特别注明外，本方法所用试剂均为分析纯试剂。试验用水符合GB/T 6682 要求的二级以上的水。

4.1 硫酸，优级纯。

4.2 硫酸溶液（1+1）。

4.3 盐酸，优级纯。

4.4 盐酸溶液（5+95）。

4.5 硫脲-抗坏血酸混合溶液：分别称取 5.0 g 硫脲和 5.0 g 抗坏血酸，用水溶解后，稀释至 100 mL，混匀，现用现配。

4.6 氢氧化钠溶液（5 g/L）。

4.7 硼氢化钾-氢氧化钠溶液（20 g/L）：称取 20.0 g 硼氢化钾溶解于 1 000 mL 氢氧化钠溶液（4.6）中，混匀，现用现配。

4.8 砷标准溶液（1 000 mg/L）：市售有证标准溶液。

4.9 砷标准储备液（100.0 $\mu\text{g/mL}$ ）：用移液管吸取砷标准溶液（4.8）1.0 mL，置于10 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，得到100.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准储备液，置0℃～5℃保存，备用。

4.10 砷标准工作液（1.0 $\mu\text{g/mL}$ ）：用移液管吸取砷标准储备液（4.9）1.0 mL，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，得到1.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作液，置0℃～5℃保存，备用。

5 仪器设备

5.1 双道原子荧光光度计，附有屏蔽式石英原子化器，玻璃质氢化物发生器及砷空心阴极灯。

5.2 分析天平：感量为0.1 mg。

5.3 低温电炉。

5.4 恒温烘箱。

6 样品

6.1 按照 YB/T 5304 的规定进行取制样。

6.2 样品在105℃～110℃烘2h，置于干燥器中冷却至室温。

7 试验步骤

7.1 试液的制备

7.1.1 称取样品1 g（精确至0.1 mg）于250 mL锥形瓶中，加入40 mL硫酸溶液（4.2），盖上表面皿，置于低于180℃电炉上小心加热至样品完全溶解并冒硫酸烟3 min～5 min，使样品全部分解，取下冷却。

7.1.2 沿瓶壁加入40 mL水，加热使盐类溶解。取下，冷却至室温，移入100 mL（ V_0 ）容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.1.3 吸取8 mL试液（ V_1 ）（7.1.2）于10 mL容量瓶中，加入0.5 mL盐酸溶液（4.4），1 mL硫脲-抗坏血酸混合溶液（4.5），用水定容至刻度（ V_2 ），混匀，放置30 min，待测。同时做空白试验，并进行平行测定。

7.2 标准曲线的绘制

分别吸取砷标准工作液（4.10）0.00、0.050、0.100、0.200、0.400、0.800、1.000 mL（相当于0.00、5.00、10.00、20.00、40.00、80.00、100.00 ng/mL）于七个10 mL容量瓶中，然后按照7.1.3操作，待测。以砷浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标绘制标准曲线。

参考附录A提供的仪器条件，将仪器调整至最佳状态进行测定。

8 试验数据处理

样品中砷的含量 $\omega(\text{As})$ ，以质量分数表示，按下列公式（1）计算：

$$\omega(\text{As}) = \frac{V_0 \times c \times V_2 \times 10^{-9}}{V_1 \times m} \times 100\% \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_0 —— 试液总体积，单位为毫升（mL）；

c —— 从工作曲线上查得的砷的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V_1 —— 分取试液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 —— 分取试液稀释后的体积，单位为毫升（mL）；

m —— 样品的质量，单位为克（g）；

f —— 稀释倍数。测定值超出标准曲线范围时，应对试液（7.1.2）适当稀释。

注：所得结果表示至小数点后五位。

9 精密度

由5个实验室对3个水平的样品进行精密度试验，由实验数据根据 GB/T 6379.2 得到本方法的重复性限 r 和再现性限 R ，如表1所示：

表1 重复性限 r 和再现性限 R

重复性限 r	再现性限 R
0.068 55 ω	0.125 25 $\omega^{0.819}$
注： ω —待测样品中砷的含量，以质量分数表示。实验室内，其为两次重复测定的算术平均值；实验室间，其为两个实验室最终结果的算术平均值。	

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试验对象；

—— 所使用的标准（包括发布或出版年号）；

—— 结果；

—— 观察到的异常现象；

—— 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
仪器条件

灯电流：60 mA。

负电压：260 V。

载气：氩气：用于屏蔽气和载气。

载气流速：300 mL/min。

屏蔽气流速：800 mL/min。

原子化高度：8 mm。

采样时间：10.0 s。

采样延迟时间：1.0 s。
