

砷的测定(古蔡氏测砷法)

一、目的与要求:

1、掌握古蔡氏法测定砷含量的原理方法。

二、原理:

样品经消化后,以碘化钾、氯化亚锡将高价砷还原为三价砷然后与锌粒和酸产生的新生态氢生成砷化氢,再与溴化汞试纸生成黄色至橙色的色斑比较定量。

三、试剂与仪器:

1、 5%溴化汞乙醇溶液

2、 溴化汞试纸:将滤纸剪成直径为 2cm 的圆片,浸泡于溴化汞乙醇溶液中。使用前取出,使其自然干燥后备用。

3、 40%酸性氯化亚锡溶液:称取 20 克氯化亚锡 ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 12.5 毫升浓盐酸中,用水稀释至 50 毫升。另加 2 颗锡粒于溶液中。

4、 10%醋酸铅溶液。

5、 醋酸铅棉花:将脱脂棉浸泡于 10%醋酸铅溶液中,1 小时后取出,并使之疏松,在 100℃烘箱内干燥,取出置于玻璃瓶中塞紧保存备用。

6、 醋酸铅试纸:将普通滤纸浸入 10%醋酸铅溶液中,1 小时取出,自然晾干,剪成条状 (8×5cm),置于瓶中保存,备用。

7、无砷锌细粒。

8、浓盐酸。

9、20%碘化钾溶液。

10、10%硝酸镁溶液。

11、氧化镁;

12、砷标准溶液:精确称取预先在硫酸干燥器中干燥过的或在 100℃干燥 2 小时的三氧化二砷 0.1320 克,溶于 10 毫升 1N 氢氧化钠溶液中,加 1N 硫酸溶液 10 毫升将此溶液仔细地移入 1000 毫升容量瓶中,并用水稀释至刻度。此液每毫升含 0.1 毫克砷。使用时可将此液稀释成每毫升含 1 或 10mg 的砷。

13、1N 氢氧化钠:量取 52 毫升氢氧化钠饱和溶液,注入 1000 毫升不含二氧化碳的水中,混匀。

14、1N 硫酸溶液。

15、古蔡氏砷斑法测定器

四、操作方法:

1、样品处理:准确称取样品 10 克,置于瓷坩埚中,加入氧化镁粉 2 克,10%硝酸镁溶液 10 毫升,在水浴上蒸干。小火炭化后,移入 550℃高温炉中灰化至白色灰烬,冷却,加入 10 毫升浓盐酸溶解残渣,然后用水移入 100 毫升量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

2、样品分析:准确吸取样品溶液 20 毫升,移入砷斑法测定器,分别置于三角瓶中,分别加入每毫升含 1mg 的砷的标准溶液 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 毫升。于各瓶中加入 20%碘化钾溶液 5 毫升。40%氯化亚锡溶液 2 毫升于样品溶液中再加入浓盐酸 13 毫升,于标准溶液中各加入浓盐酸 15 毫升,并各加入水使总体积为 45 毫升。放置 10 分钟后。加入锌粒 5 克迅速装上已装有溴化汞试纸,醋酸铅棉花和滤纸的试砷管。在 25-30℃下避光放置 45 分钟。取出溴化汞试纸,将样品和标准色斑目测比较,求出样品溶液中的含砷量。

计算: C

$$\text{砷(mg/kg)} = \frac{\text{C}}{\text{W}} \times 100$$

W

C: 相当于砷的标准量(mg)

W: 测定时样液相当于样品的重量(g),

说明:

(1)吸取样品溶液的量可视样品中含砷量而定,最后总体积达 45 毫升即可。

(2)样品色斑相当于砷的量应扣除空白液的色斑相当于砷的量。

(3)试剂空白只允许呈现极浅的淡黄色(一般不应显色)砷斑。如空白显色砷,应找出原因。

(4)对试剂要求纯度高,必须是无砷锌粒,一级盐酸。

(5)装入醋酸铅棉花时,不要太紧和太软,紧与松要适应。

(6)加入锌粒时,要每加一次锌粒,立即盖上一支预先准备好的醋酸铅棉花,溴化汞试纸的玻璃管。

(7)如样品中含有锑,也能够生成与砷斑类似的锑斑,锑能溶解在 80%乙醇中,而砷斑不溶解。