



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 102—1999

城市生活垃圾 砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

Municipal domestic refuse—Determination of arsenic
—Spectrophotometric method with silver diethyldithiocarbamate



1999-11-24 发布

2000-06-01 实施

中华人民共和国建设部 发布

CJ/T 102—1999

前 言

我国的环卫事业起步较晚,城市生活垃圾砷的监测方法是个空白。目前全国各地生活垃圾砷的监测方法不统一,为适应我国环境卫生工作的需要,为使城市生活垃圾砷的监测方法规范化、标准化,制定了本标准。

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部城镇环境卫生标准技术归口单位上海市环境卫生管理局归口。

本标准由天津市环境卫生工程设计研究所负责起草。

本标准主要起草人:郑 雯、张 范。

本标准委托天津市环境卫生工程设计研究所负责解释。

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市生活垃圾 砷的测定
二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法 CJ/T 102—1999

Municipal domestic refuse—Determination of arsenic
—Spectrophotometric method with silver diethyldithiocarbamate

1 范围

本标准规定了用二乙基二硫代氨基甲酸银法测定砷的原理、仪器、试剂及操作步骤。

本标准适用于城市生活垃圾中砷的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

CJ/T 3039—1995 城市生活垃圾采样和物理分析方法

3 样品的采集与制备

城市生活垃圾样品的采集与制备、含水率的测定以及试样的保存按 CJ/T 3039 规定进行。

4 原理

在硫酸介质中,锌粒与酸作用产生新生态氢。在碘化钾和氯

中华人民共和国建设部 1999-11-24 批准 2000-06-01 实施

化亚锡存在下,可使五价砷还原为三价砷,三价砷与新生态氢作用生成砷化氢气体,通过用乙酸铅处理的脱脂棉除去硫化物后,吸收于二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺-三氯甲烷溶液中,并生成红色络合物,在波长 510 nm 处测定吸收液的吸光度。吸收液中存在有机碱三乙醇胺,可促使还原反应的进行,并且能增加红色胶体银在溶剂中的稳定性。

5 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均为分析纯试剂,所用水均为蒸馏水。

5.1 无砷锌粒(Zn)。

5.2 高氯酸(HClO_4), $\rho=1.68 \text{ g/mL}$ 。

5.3 浓硫酸(H_2SO_4), $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 。

5.4 1 mol/L 硫酸。

5.5 硫酸溶液,1 + 1(V+V)。

5.6 20%氢氧化钠(NaOH)溶液。

5.7 10%乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2]$ 溶液。

5.8 15%碘化钾溶液(m/V):15 g 碘化钾(KI)溶于蒸馏水中,并稀释至 100 mL,贮于棕色瓶内(变黄不能用)。

5.9 40%氯化亚锡溶液(m/V):40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于浓盐酸(HCl)中,并用浓盐酸稀释至 100 mL,加数粒金属锡(Sn)保存。

5.10 乙酸铅棉球:将 10 g 脱脂棉浸入 100 mL10%乙酸铅溶液中,浸透后取出晾干。

5.11 0.25%二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺-三氯甲烷溶液:称取 0.25 g 二乙基二硫代氨基甲酸银 $[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCS}_2\text{Ag}]$,分别加入 50 mL 三氯甲烷(CHCl_3)和 2 mL 三乙醇胺 $[(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}]$,摇匀。再用三氯甲烷稀释至 100 mL,待溶解后静置 24 h,然后用慢速滤纸

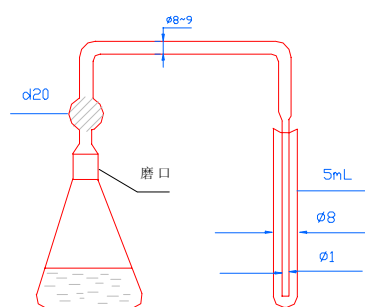
过滤于棕色瓶中,避光保存。

5.12 砷标准储备液:准确称取 110℃ 烘干 2 h 的三氧化二砷 (As_2O_3) 0.132 0 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加 5 mL 20% 氢氧化钠溶液, 低温加热至三氧化二砷全部溶解后, 以酚酞为指示剂, 用 1 mol/L 硫酸中和至溶液无色, 然后再加入 10 mL 1 mol/L 硫酸, 转入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线。此溶液砷的浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.13 砷标准使用液:准确吸取 10.00 mL 砷标准储备液, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线。此溶液砷的浓度为 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

6 仪器

- a) 可见光分光光度计;
- b) 砷化氢发生器;
- c) 分析天平。



砷化氢发生与吸收装置图

7 操作步骤

7.1 标准曲线的绘制

7.1.1 配制标准工作溶液

分别吸取 0.00, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00, 15.00 mL 砷标准

使用液于砷化氢发生器的锥形瓶中,配制成标准溶液系列为 0.00,1.00,3.00,5.00,7.00,10.00,15.00 μg 砷。

7.1.2 砷化氢的发生与吸收

将上述工作溶液加 8 mL 硫酸溶液(5.5),加水至 50 mL。再加入 5 mL 15% 碘化钾溶液、2 mL 40% 氯化亚锡溶液,混匀(每加一种试剂均需摇匀)放置 15 min。于各吸收管分别加入 5 mL 吸收液(5.11),插入装有乙酸铅棉球的导气管(每次用完后用三氯甲烷洗涤,并保持干燥备用),迅速向各发生瓶中倾入预先称好的 4 g 无砷锌粒塞紧瓶塞,在室温下反应 1 h。待反应完毕后,用三氯甲烷将吸收液体积补足至 5 mL,摇匀。保留吸收液 A 用于(7.1.3)的测定。

注:砷化氢为剧毒物质,全部反应过程应在通风橱内或通风良好的地方进行。

7.1.3 测定

用 1 cm 比色皿,于波长 510 nm 处,以试剂空白(零浓度)为参比测定由(7.1.2)得到的吸收液 A 的吸光度。

7.1.4 绘制标准曲线

以砷标准含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7.2 试样的测定

7.2.1 试样的预处理

称取约 0.5 g 的试样(精确至 0.000 1 g)于砷化氢发生器的锥形瓶中,用少量水湿润样品,加 3 mL 浓硫酸,8~10 滴高氯酸,瓶口放一小漏斗,于电热板上低温加热,逐渐升高温度至冒大量白烟(约 200℃),保持在此温度下,继续消化样品至完全变白,试液呈白色或淡黄色。取下锥形瓶,冷却至室温。

7.2.2 试样的反应

操作同(7.1.2)。保留吸收液 B 用于(7.2.3)的测定。

7.2.3 试样的测定

用 1 cm 比色皿,于波长 510 nm 处,以空白实验(7.3)为参比测定由(7.2.2)得到的吸收液 B 的吸光度。

7.3 空白实验

与试样测定同步进行空白实验,除不加试样外,所用试剂及用量与试样测定相同。

8 分析结果的表述

砷含量 $c(\text{mg/kg})$ 按下式计算:

$$c = \frac{m}{m_{\text{样}}}$$

式中: m ——从标准曲线上查得砷的含量, μg ;

$m_{\text{样}}$ ——称样量, g 。

结果以四位小数表示。

9 精密度和准确度

测定两个试样,每个试样分别做了四个平行样,共进行了三批实验,其含量为 $2.0 \sim 12.5 \text{ mg/kg}$,所得相对标准偏差为 $1.5\% \sim 5.2\%$ 。在 0.5 g 试样中加入标准砷 $2.0 \sim 10.0 \mu\text{g}$ 时,回收率为 $83.0\% \sim 98.5\%$ 。
