

中华人民共和国国家标准

水质 二硫化碳的测定 二乙胺乙酸铜分光光度法

GB/T 15504—1995

Water quality—Determination of carbon
disulfide—Diethylamine cupric acetate
spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定工业废水中二硫化碳的二乙胺乙酸铜分光光度法。

1.2 适用范围

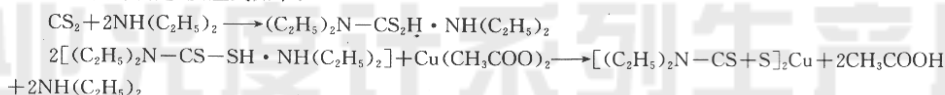
1.2.1 本方法适用于橡胶、化纤、化工原料等行业排放废水中二硫化碳的测定。

1.2.2 测定范围:当取样 100 mL,采用 1 cm 比色皿时,测定范围为 0.045~1.46 mg/L。

1.2.3 干扰和消除:采用曝气法将二硫化碳从水样中分离出来,如水样中存在硫化氢,可用乙酸铅溶液吸收,除去干扰。

2 原理

在铜盐的存在下,二硫化碳与二乙胺作用,生成黄棕色的二乙氨基二硫代甲酸铜,在 430 nm 波长处分光光度计测定,反应式如下:



3 试剂

分析中使用的试剂均为符合国家标准分析纯试剂蒸馏水或去离子水。

3.1 乙酸铅溶液:称取 10 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 90 mL 蒸馏水中,加入 5 mL 冰乙酸和 10 mL 丙三醇,充分混匀。

3.2 吸收液:称取 10 mg 乙酸铜 $[\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 置于 50 mL 小烧杯中,加入少量无水乙醇,用玻璃棒搅拌,溶解后移入 500 mL 容量瓶内,用无水乙醇洗烧杯 2~3 次,洗液全部并入容量瓶内,加入 5 mL 三乙醇胺,充分混合,再加 2 mL 二乙胺,用无水乙醇稀释至刻度,混匀后贮于冰箱 2~5℃ 保存。

3.3 二硫化碳标准储备液:于 25 mL 容量瓶中先加入约 10 mL 无水乙醇,盖紧瓶塞,放在分析天平上准确称重,然后加入 1~2 滴分析纯二硫化碳,迅速塞紧,再次称重,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,按差减法计算二硫化碳标准储备液浓度,贮于冰箱 2~5℃ 保存。

3.4 二硫化碳标准液:将二硫化碳标准储备液,用无水乙醇稀释为 100 μg/mL 临用前配制。

国家环境保护局 1995-03-15 批准

1995-08-01 实施

4 仪器

- 4.1 具塞比色管:10 mL 带刻度,经校正。
- 4.2 气泡式吸收管:大型(高 225 mm,支管阔 80 mm)。
- 4.3 洗气瓶:250 mL。
- 4.4 气体流量计。
- 4.5 抽气泵。
- 4.6 分光光度计:备 1 cm 的吸收池。
- 4.7 分析天平:感量 0.1 mg。
- 4.8 玻璃量器:经校正的容量瓶,移液管。

5 样品

- 5.1 样品的采集:水样采集在 250 mL 具磨口玻璃塞的小口玻璃瓶,采样时采样并浸于水面下 20~30 cm,使水从底部上升溢出瓶口,塞上玻璃磨口瓶盖,不使瓶内有气泡,尽量防止曝气。
- 5.2 样品的保存:采集好的样品,应立即分析,如需暂缓分析,一定要放置 2~5℃ 保存,保存期二天。

6 测定步骤

6.1 曝气吸收装置

采用全玻璃器皿按图 1 程序安装,接口处用硅橡胶管连接使两头玻璃管相接触。

6.2 绘制校准曲线

在八套曝气吸收装置洗气瓶中,分别加入 100 mL 蒸馏水和 100 μg/mL 二硫化碳标准液:0.00, 0.10, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00, 1.20 mL,按图 1 将每套曝气洗气瓶串联二个活心气体采样管,于第一个采样管内加入 10 mL 乙酸铅溶液,第二个采样管内加入 10 mL 二硫化碳吸收液,连接抽气泵,气体流量计,控制流速 100 mL/min 左右,曝气 1 h。将吸收液移入 10 mL 具塞比色管,定容。

6.3 分光光度测定

在波长 430 nm 下,以无水乙醇作参比,用 1 cm 吸收池,测定具塞比色管内吸收液的吸光度。

将 6.2 系列校准液测得的吸光度 A_s 值扣除试剂空白(零浓度)的吸光度 A_0 值,得到校正吸光度 A_r ,以校正吸光度 A_r 为纵坐标,以二硫化碳含量 W (μg) 为横坐标绘制校准曲线,或用最小二乘法计算回归方程,浓度“零”,不参于计算,得

$$A_r = bW + a \quad \dots\dots\dots (1)$$

6.4 试样测定

取 100 mL 水样于洗气瓶中,(如水样中二硫化碳含量较高,可用蒸馏水稀释)按图 1 连接好曝气吸收装置,以下步骤按 6.1 条和 6.2 条进行分光光度测定。

6.5 空白试验

取 100 mL 蒸馏水于洗气瓶中,连接好曝气装置,按 6.1 条和 6.2 条进行处理。

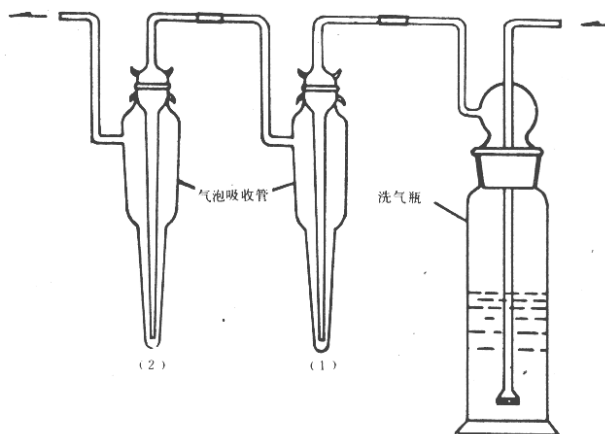


图1 曝气吸收装置

7 计算

7.1 计算公式

样品中二硫化碳的吸光度 A_r 用式(2)计算。

$$A_r = A_s - A_b \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: A_s ——样品吸光度;

A_b ——空白吸光度。

样品中二硫化碳含量 $W(\mu\text{g})$ 可从曲线查得,也可按式(3)计算。

$$W = \frac{(A_r - a)}{b} \quad \dots\dots\dots(3)$$

样品中二硫化碳浓度 $C(\text{mg/L})$ 用式(4)计算。

$$C = \frac{W}{V_r} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_r ——样品体积, mL。

8 精密度和准确度

经五个实验室分析 135.2 mg/L 二硫化碳统一样品,重复性标准偏差为 3.32 mg/L 重复性变异系数为 2.44%,再现性标准偏差为 3.28 mg/L,再现性变异系数为 2.41%,加标回收率 92%~103%。

附加说明:

- 本标准由国家环境保护局规划标准处提出。
- 本标准由上海市环境保护科学研究院负责起草。
- 本标准主要起草人朱心。
- 本标准由中国环境监测总站负责解释。