

中华人民共和国国家标准

车间空气中三氧化二砷及 五氧化二砷的二乙氨基二硫代甲酸银 分光光度测定方法

GB/T 16034—1995

Workplace air—Determination of arsenic trioxide
and pentoxide—Silver diethyl dithiocarbamate
spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

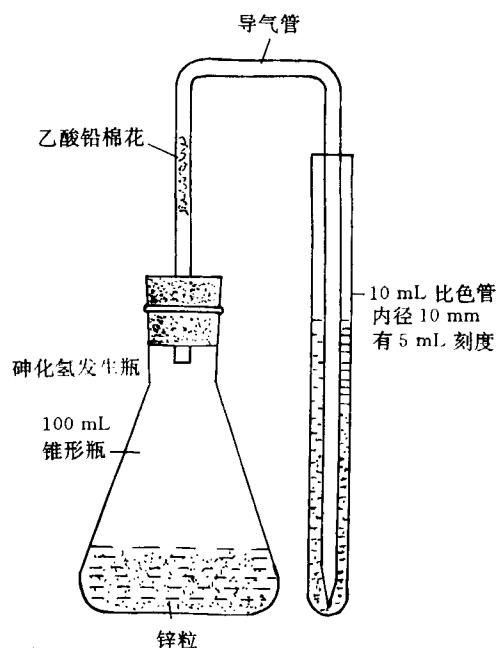
本标准规定了用二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法测定车间空气中三氧化二砷及五氧化二砷。
本标准适用于生产和使用三氧化二砷及五氧化二砷的车间空气测定。

2 原理

采集在滤纸上的三氧化二砷及五氧化二砷,用盐酸溶解后,被碘化钾、氯化亚锡和锌粒还原成砷化氢,用二乙氨基二硫代甲酸银-三乙醇胺三氯甲烷溶液吸收,反应生成棕红色胶态银,比色定量。

3 仪器

- 3.1 采样夹。
- 3.2 滤料:慢速定量滤纸或 $0.8\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜。
- 3.3 抽气机。
- 3.4 流量计, $0\sim 10\ \text{L}/\text{min}$ 。
- 3.5 砷化氢发生装置(见下图)。



砷化氢发生装置

3.6 分光光度计,10 mm 比色杯。

4 试剂

4.1 盐酸,1+1。

4.2 碘化钾溶液,150 g/L。

4.3 氯化亚锡溶液:称取 40 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 50 mL 浓盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)中,加水至 100 mL。

4.4 乙酸铅棉花:将脱脂棉浸泡于 100 g/L 乙酸铅溶液中,2 h 后取出晾干备用。

4.5 无砷锌粒,1 g 约 12~15 粒。

4.6 二乙氨基二硫代甲酸银-三乙醇胺三氯甲烷溶液:称取 0.25 g 二乙氨基二硫代甲酸银,用少量三氯甲烷溶解,加入 1.0 mL 三乙醇胺,用三氯甲烷稀释至 100 mL,放置过夜,过滤于棕色瓶中,置于冰箱中,可保存半个月。

4.7 标准溶液:称取 0.100 0 g 在 105℃ 干燥 2 h 的三氧化二砷,用 10 mL 1 mol/L 的氢氧化钠溶解,然后用 1+6 的硫酸中和,倒入 1 000 mL 量瓶中,加水稀释至刻度。此液 1 mL=100 μg 三氧化二砷,为贮备液。量取 10 mL 贮备液于 100 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,配成 1 mL=10 μg 三氧化二砷的标准溶液。

5 采样

将慢速定量滤纸或微孔滤膜在采样夹中夹紧,以 5 L/min 的速度抽取 10 L 空气。

6 分析步骤

6.1 对照试验:同采样,将滤纸带至现场,但不抽取空气,带回实验室照样品分析作空白对照。

6.2 样品处理:将采样滤纸放入砷化氢发生瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.1),于 60℃ 水中加热 2.5 h,然后加水至 35 mL,放冷至室温。