

居住区大气中砷化物卫生标准检验方法
二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法

UDC 614.78:613
.15:661.649

GB 8912—88

Hygienic determination method of arsenide in air
of residential areas—Silver diethyldithiocar-
bamate spectrophotometric method

1 适用范围

本标准适用于居住区大气中砷化物质量浓度的测定。

1.1 灵敏度

比色体积为5 ml时，1 μg砷应有0.03的吸光度。

1.2 检测下限

本法检出下限为0.5 μg，采样体积以600 L计，最低检出浓度为0.8 μg/m³。

1.3 测定范围

用5 ml吸收液，本法的线性范围为0.5~20 μg，按本法规定的采样条件（600 L）可测浓度范围为0.8~33.3 μg/m³。

1.4 干扰及排除

由于本法采用了将砷化物转变为砷化氢气体来进行测定，避免了大量的干扰因素。100 μg的汞、锰、铜、镍、钴、铅和铁，50 μg的镉没有干扰；三价铋，四价硒，六价铬含量大时对反应有负干扰，但当含量分别低于30 μg，10 μg和20 μg时，没有干扰。锑的性质同砷十分相似。样品中含锑时，可形成SbH₃，与吸收液形成颜色，使结果偏高，但含量低于50 μg时，对测定没有干扰。

2 原理

采集在经聚乙烯氧化吡啶浸渍的滤纸上的砷化物，加盐酸溶解后，被加入的碘化钾，氯化亚锡和锌粒还原成砷化氢，再与二乙氨基二硫代甲酸银—三乙基胺的三氯甲烷溶液反应，生成红色胶体银，比色定量。

3 试剂和材料

本法中所用的试剂纯度应为分析纯。所有的实验用水均为无砷蒸馏水或去离子水，水质在25℃时电导率小于1.0 μS/cm。

3.1 聚乙烯氧化吡啶〔(C₂H₃C₅H₄N=O)_n，n=3000以上，又称克矽平，简称P 204〕。

3.2 丙三醇。

3.3 定量滤纸：慢速（或中速）定量滤纸，直径40 mm，每张含砷量不得超过0.1 μg。

3.4 浸渍滤纸：称取10g聚乙烯氧化吡啶和量取10ml丙三醇溶于100ml水中，做浸渍液，将直径40 mm的滤纸浸于溶液中，6 h后取出，置于清洁玻璃板上，放在对流箱内，用红外线灯干燥，制成的浸渍滤纸，存放在玻璃瓶中备用。

3.5 3+2盐酸溶液。

3.6 15%碘化钾溶液。

3.7 40%氯化亚锡溶液：称量40g氯化亚锡 ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于50ml浓盐酸中，加水至100ml。

3.8 无砷锌粒：每克约15粒左右。

3.9 乙酸铅棉花：用10%乙酸铅溶液将脱脂棉浸渍，晾干，备用。使用时，填充在砷化氢发生及吸收装置的过滤器中。

3.10 二乙氨基二硫代甲酸银-三乙基胺-三氯甲烷溶液：称取0.25g二乙氨基二硫代甲酸银，用少量三氯甲烷溶解，加入1.0ml三乙基胺（或三乙醇胺），用三氯甲烷稀释至100ml，放置过夜，如有沉淀物就需要过滤，贮存于棕色瓶中。

3.11 砷标准溶液：准确称量0.1320g经105℃干燥2h的三氧化二砷，溶于2ml 1 mol/L氢氧化钠溶液中，加50ml水，再加2ml 1 mol/L盐酸溶液，移入100ml容量瓶中，加水至刻度，此溶液1 ml = 1 mg砷。临用时用水稀成1.0 ml = 10 μg砷的标准溶液。

4 仪器和设备

4.1 滤纸采样夹：直径40 mm（见图1）。

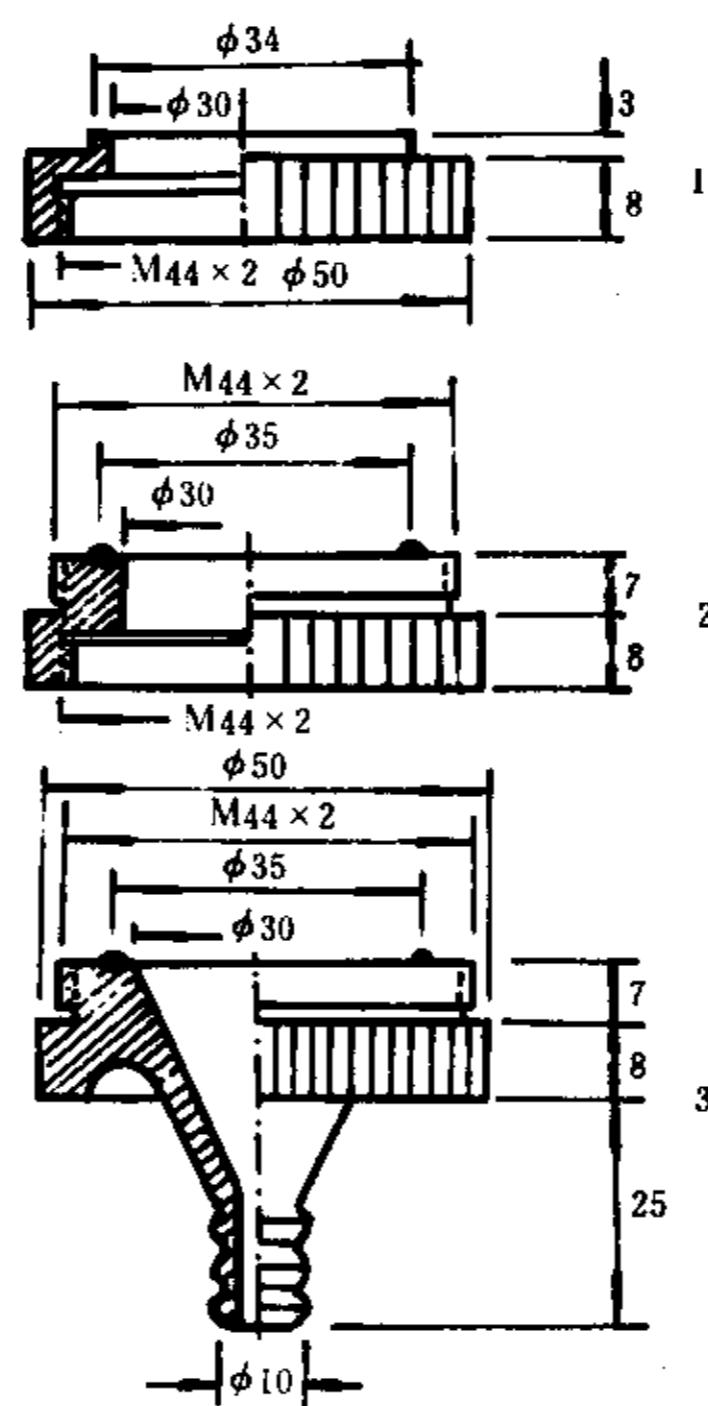


图1 滤纸采样夹

1—顶盖；2—压环；3—底座

4.2 恒流采样泵：在采样条件下，最大抽气流量可达15 L/min，并且流量稳定、可调。恒流误差小于2%。

4.3 流量计：2~20 L/min。

4.4 具塞比色管：10 ml，内径8 mm。

4.5 砷化氢发生及吸收装置（见图2）。