



中华人民共和国国家标准

GB/T 11900—1989

水质 痕量砷的测定 硼氢化钾—硝酸银分光光度法

Water quality—Determination of trace
amounts of arsenic—Spectrophotometric
method with silver salt

1989-12-25 发布

1990-07-01 实施

国家环境保护局 发布

水质 痕量砷的测定
硼氢化钾—硝酸银分光光度法

GB/T 11900—1989

Water quality—Determination of trace
amounts of arsenic—Spectrophotometric
method with silver salt

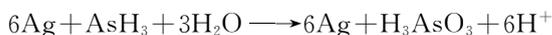
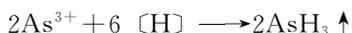
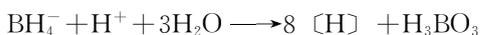
1 主题内容与适用范围

本标准规定了用新银盐分光光度法测定地面水、地下水和饮用水中痕量砷,取 250 mL 试料 3.00 mL 吸收液,用 10 mm 比色皿,本方法最低检出浓度为 0.4 $\mu\text{g/L}$,测定上限为 12 $\mu\text{g/L}$ 。

2 原理

硼氢化钾(或硼氢化钠)在酸性溶液中产生新生态的氢,将试料中砷转变为砷代氢、用硝酸—硝酸银—聚乙烯醇—乙醇溶液为吸收液,将其中银离子还原成单质银,使溶液呈黄色,在 400 nm 处测量吸光度。

化学反应式如下:



3 试剂

本标准所用试剂,除特殊规定外,均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

- 3.1 二甲基甲酰胺 ($\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$)。
- 3.2 乙醇胺 ($\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}$)。
- 3.3 硫酸钠 (Na_2SO_4), 无水。
- 3.4 硫酸氢钾 (KHSO_4), 固体。
- 3.5 抗坏血酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), 固体。
- 3.6 硫脲 ($(\text{NH}_2)_2\text{CS}$), 固体。
- 3.7 酒石酸 ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$), 固体。
- 3.8 硝酸银 (AgNO_3), 固体。
- 3.9 三氧化二砷 (As_2O_3), 固体。
- 3.10 硼氢化钾 (KBH_4), 固体。
- 3.11 氯化钠 (NaCl), 固体。
- 3.12 乙醇 ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), 无水或 95%。
- 3.13 硝酸 (HNO_3), $\rho=1.40 \text{ g/mL}$ 。
- 3.14 盐酸 (HCl), $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ 。

- 3.15 高氯酸 (HClO_4), 70~72%。
- 3.16 氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), 1+1。
- 3.17 硫酸 (H_2SO_4), 1 mol/L。
- 3.18 硫酸 (H_2SO_4), 0.5 mol/L。
- 3.19 盐酸 (HCl), 0.5 mol/L。
- 3.20 氢氧化钠 (NaOH), 200 g/L。
- 3.21 碘化钾 (KI), 150 g/L。
- 3.22 乙酸铅 ($\text{Pb}(\text{Ac})_2$), 100 g/L。
- 3.23 聚乙烯醇 ($(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_x$), 2 g/L: 称取 0.2 g 聚乙烯醇 (平均聚合度为 1750 ± 50) 于 150 mL 烧杯中, 加 100 mL 水, 在不断搅拌下加热至全溶, 盖上表面皿煮沸 10 min, 冷却后, 贮于玻璃瓶中, 此溶液可稳定一星期。
- 3.24 硫酸—酒石酸溶液: 于 400 mL 硫酸溶液中 (3.18) 加入 60 g 酒石酸 (3.7), 溶解后即可使用。
- 3.25 硝酸—硝酸银溶液: 称取 2.04 g 硝酸银 (3.8), 于 100 mL 烧杯中, 用少量水溶解, 加入 5 mL 硝酸 (3.13), 用水稀释至 250 mL, 摇匀, 于棕色瓶中保存。
- 3.26 砷化氢吸收液: 取硝酸—硝酸银 (3.25) 溶液、聚乙烯醇 (3.23) 溶液、乙醇 (3.12), 按 1+1+2 比例混合, 充分摇匀后使用, 用时现配。如果出现混浊, 将此液放入 70℃ 左右的水中, 待透明后取出, 冷却后使用。
- 3.27 二甲基甲酰胺混合液 (简称 DMF 混合液): 取二甲基甲酰胺 (3.1)、乙醇胺 (3.2), 按 9+1 (V_1+V_2) 比例混合, 贮于棕色玻璃瓶中, 在低温下可保存 30 天左右。
- 3.28 硫酸钠—硫酸氢钾混合粉: 取硫酸钠 (3.3) 和硫酸氢钾 (3.4), 按 9+1 比例混合, 并用研钵研细后使用。
- 3.29 乙酸铅棉的制备: 将 10 g 医用脱脂棉浸入 100 mL 乙酸铅溶液 (3.22) 中, 半小时后取出, 在室温下自然晾干, 贮于广口瓶中。
- 3.30 硼氢化钾片的制备: 硼氢化钾 (3.10) 与氯化钠 (3.11) 以 1+5 之比混合, 充分混匀后, 以 $2 \sim 5 \text{ t/cm}^2$ 的压力, 压成直径为 1.2 cm, 重 1.5 g 的片剂。
- 3.31 砷标准溶液, 1.00 mg/mL: 称取已于 110℃ 烘 2 h 的三氧化二砷 (3.9) 0.1320 g, 溶于 2 mL 氢氧化钠溶液 (3.20) 中, 加入 10 mL 硫酸 (3.17), 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 于低温下保存。
- 3.32 砷标准溶液, 10 $\mu\text{g/mL}$: 取 1.00 mL 砷标准溶液 (3.31), 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀。
- 3.33 砷标准使用液, 1.00 $\mu\text{g/mL}$: 取 1.00 mL 砷标准溶液 (3.32) 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀, 用时现配。

注意: 三氧化二砷为剧毒, 用时小心。

4 仪器

- 4.1 一般实验室用仪器和以下仪器。
- 4.2 分光光度计, 带 10 mm 比色皿。
- 4.3 砷化氢发生装置, 如图 1 所示。