

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠 分光光度法

CJ/T 66—1999

Municipal sewage—Determination of copper
—Sodium diethyldithiocarbamate spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法测定城市污水中的铜。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中铜的测定。

1.1 测定范围

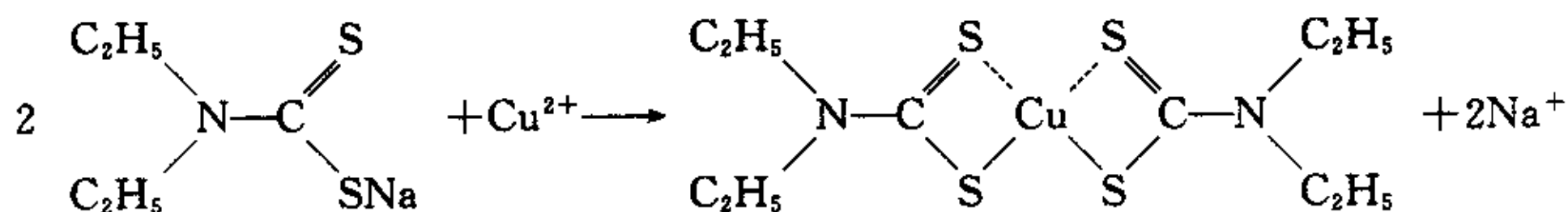
本方法测定铜的浓度范围为 0.02~0.60 mg/L。

1.2 干扰

测铜时,溶液中的铁、锰、镍、铬、钴等金属,它们能与二乙基二硫代氨基甲酸钠生成有色络合物,干扰铜的测定,使用 EDTA 和柠檬酸铵可掩蔽消除。

2 方法原理

氨性溶液中(pH8~10),二价铜离子与二乙基二硫代氨基甲酸钠生成黄色络合物:



此络合物可用四氯化碳定量萃取,在 440 nm 波长处进行测定,颜色可稳定 1 h。

3 试剂和材料

除另有规定外,均用分析纯试剂及去离子水。

3.1 盐酸(HCl, $\rho=1.19$ g/mL),优级纯。

3.2 硝酸(HNO₃, $\rho=1.40$ g/mL),优级纯。

3.3 高氯酸(HClO₄, $\rho=1.67$ g/mL),优级纯。

高氯酸系易爆炸物,务必遵守爆炸物品的有关安全规定。

3.4 氨水(NH₃·H₂O, $\rho=0.90$ g/mL),优级纯。

3.5 四氯化碳(CCl₄)。

3.6 95%(V/V)乙醇(C₂H₅OH)。

3.7 50%(V/V)氨水

将氨水(3.4)与水等体积混合。

3.8 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液:2 g/L

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

0.2 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠用水溶解,稀释至 100 mL,过滤后贮于棕色玻璃瓶中,放暗处保存,可使用两周。

3.9 EDTA-柠檬酸铵溶液

5 g EDTA($\text{Na}_2\text{-EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 20 g 柠檬酸铵 $[(\text{NH}_4)_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7]$ 溶于水中,并稀释至 100 mL,加入 4 滴甲酚红指示剂(3.12),用氨水(3.7)调至 pH8~8.5(由黄色变为浅紫色),加入 5 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(3.8)摇匀,加入 10 mL 四氯化碳(3.5)振摇 2 min,静止分层,收集水相待用。

3.10 铜贮备溶液:1 000 mg/L

称取 1.000 ± 0.001 g 金属铜(纯度 99.9%)或称取 1.252 ± 0.001 g 氧化铜(纯度 99%)置于 100 mL 烧杯中加入 50%(V/V)硝酸 20 mL,加热溶解,再加 10 mL 50%(V/V)硫酸,继续加热至冒白烟,冷却后,转入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线。

3.11 铜标准溶液:5.0 mg/L

准确吸取铜贮备溶液(3.10)5.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

3.12 甲酚红指示剂:0.4 g/L

0.02 g 甲酚红($\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{S}$)溶于 50 mL 乙醇(3.6)中。

4 仪器

分光光度计。

5 样品

采样需用聚乙烯瓶,采样瓶用洗涤剂洗涤后经 50%(V/V)硝酸浸泡,用去离子水洗涤。样品采集后立即用硝酸调节 pH 小于 2。

6 分析步骤

6.1 空白试验

取与试料等量的去离子水,按 6.2.1~6.2.3 步骤随同样品操作。用所得吸光度从工作曲线上得空白值。

若空白值超过置信区间时应检查原因,空白值置信区间可按 CJ 26.25—91 附录 B 确定。

6.2 测定

6.2.1 消解

取适量实验室样品作为试料,移入 150 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸(3.2),在电热板上加热蒸发至 10 mL,取下冷却,加 4 mL 高氯酸(3.3)和 5 mL 硝酸(3.2),继续加热至冒大量白烟,冷却,用水淋洗杯壁,再加热,驱尽多余的氯气及氮氧化物,冷却后将溶液过滤至 50 mL 容量瓶中,定容后,移入 125 mL 分液漏斗。

6.2.2 萃取显色

在 125 mL 分液漏斗中,加入 10 mL EDTA-柠檬酸铵溶液(3.9),摇匀,加入两滴甲酚红指示剂(3.12),摇匀,用氨水(3.7)调至 pH8~8.5,加 5 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(3.8)摇匀,静止 5 min,准确加入四氯化碳(3.5)10.0 mL,剧烈振摇 2 min,静止分层,待测。

6.2.3 吸光度测量

收集有机相于 10 mm 比色皿中,在 440 nm 波长下以四氯化碳作参比,测定吸光度。

6.2.4 确定铜含量

将试料的吸光度扣除空白试验的吸光度,从工作曲线上查得铜含量。

6.3 工作曲线绘制

分别取铜标准溶液(3.11)0、0.20、0.50、1.00、2.00、3.00、5.00、6.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,稀释

至标线,按 6.2.1~6.2.3 操作测定各标准的吸光度,减去零标准吸光度,绘制吸光度对铜含量的工作曲线。

7 分析结果的表述

铜的浓度 $c(\text{mg/L})$ 按下式计算:

$$c = \frac{m}{V} \times 1\,000$$

式中: m ——从工作曲线上查得的铜含量, mg ;

V ——试料体积, mL 。

8 精密度

五个实验室测定含铜 0.075 mg/L 的统一分发标准溶液,相对标准偏差为 7.1% ,相对误差为 -4.0% 。

附加说明:

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人张开富。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。