

# 中华人民共和国城镇建设行业标准

## 城市污水 锌的测定 双硫腙分光光度法

CJ/T 67—1999

Municipal sewage—Determination of zinc  
-spectrophotometric method with dithizone

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用双硫腙分光光度法测定城市污水中的锌。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中锌的测定。

#### 1.1 测定范围

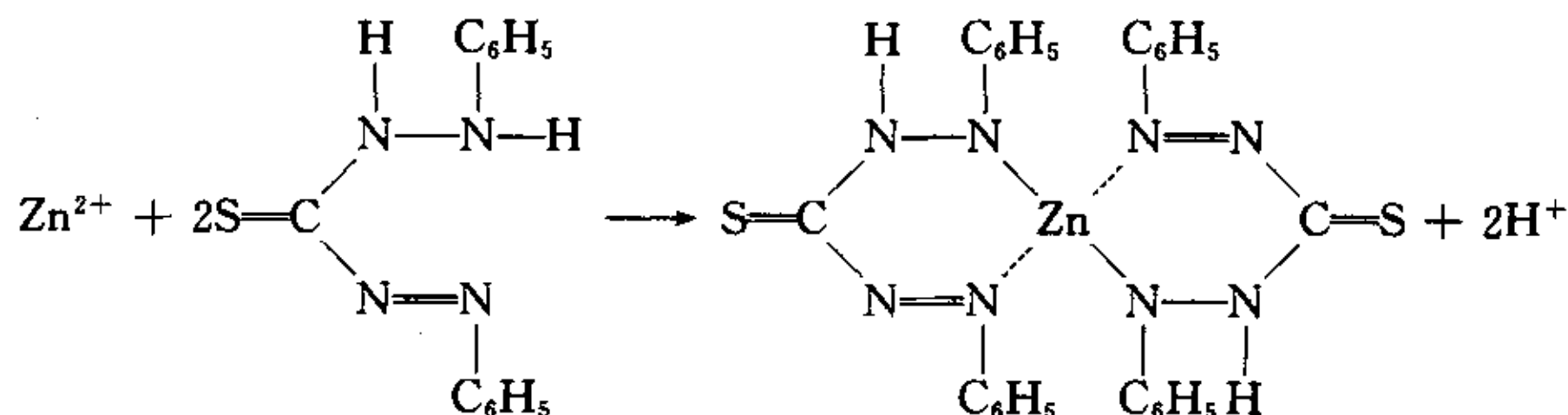
本法测定锌的浓度范围为 0.005~0.05 mg/L。如锌的含量不在测定范围内可对样品进行适当的稀释或浓缩。

#### 1.2 干扰

很多金属能与双硫腙显色反应,如铋、镉、铅、汞、铜、钴、银等金属离子存在,对本法有干扰,在 pH=4.0~5.5 时,硫代硫酸盐能抑制上述金属离子的干扰,由于锌的环境本底值较高,应特别注意在测定时的沾污。

### 2 方法原理

在 pH4.0~5.5 的乙酸盐缓冲介质中,锌离子与双硫腙形成红色螯合物,用四氯化碳萃取后,在波长 535 nm 处进行比色测定。其反应式如下:



### 3 试剂和材料

除另有说明外,均用分析纯试剂及去离子水。

- 3.1 盐酸(HCl,  $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ )。
- 3.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ ,  $\rho=1.40 \text{ g/mL}$ ),优级纯。
- 3.3 高氯酸( $\text{HClO}_4$ ,  $\rho=1.67 \text{ g/mL}$ ),优级纯。高氯酸系易爆物,务必遵守爆炸物品的有关安全规定。
- 3.4 冰醋酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )。
- 3.5 氨水( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ,  $\rho=0.90 \text{ g/mL}$ ),优级纯。
- 3.6 四氯化碳( $\text{CCl}_4$ )。
- 3.7 盐酸: $c(\text{HCl})=2 \text{ mol/L}$

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

取 100 mL 盐酸(3.1)用水稀释到 600 mL。

### 3.8 10%(V/V)硝酸溶液

将 100 mL 硝酸(3.2)缓慢加入到 1 000 mL 水中。

### 3.9 0.2%(V/V)硝酸溶液

将 2 mL 硝酸(3.2)缓慢加入到 1 000 mL 水中。

### 3.10 乙酸钠缓冲溶液

将 68 g 三水乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,并稀释至 250 mL,另配制 250 mL 12.5%(V/V)醋酸溶液,将上述两种溶液等体积混合后置于分液漏斗中,用双硫脲四氯化碳溶液(3.12)萃取数次,直至萃取液呈绿色,然后用四氯化碳(3.6)萃取以除去过量的双硫脲。

### 3.11 硫化硫酸钠溶液

25 g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶于 100 mL 水中,每次用 10 mL 双硫脲四氯化碳溶液(3.12)萃取,直至双硫脲溶液呈绿色为止,最后用四氯化碳(3.6)萃取以除去多余的双硫脲。

### 3.12 双硫脲贮备溶液

取精制双硫脲 125 mg 溶于 500 mL 四氯化碳(3.6)。置于棕色试剂瓶中,保存于冰箱中(双硫脲精制方法见附录 A)。

### 3.13 0.01%双硫脲溶液

吸取 40 mL 双硫脲贮备液(3.12),用四氯化碳稀释到 100 mL,用时现配。

### 3.14 0.001%(m/V)双硫脲溶液

10 mL 双硫脲溶液(3.13),用四氯化碳(3.6)稀释到 100 mL,用时现配。

### 3.15 柠檬酸钠溶液

将 10 g 二水柠檬酸钠( $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶解在 90 mL 水中,用双硫脲四氯化碳溶液(3.12)萃取数次,直至萃取液呈绿色,最后用四氯化碳(3.6)萃取,以除去过量的双硫脲。此试剂用于玻璃器皿的最后洗涤。

### 3.16 锌贮备溶液:100 mg/L

准确称取  $0.1\,000 \pm 0.000\,1$  g 金属锌粒(纯度 99.9%),或称取  $0.124\,5 \pm 0.000\,1$  g 氧化锌(光谱纯)溶于 5 mL 盐酸(3.1)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

### 3.17 锌标准溶液:1.0 mg/L

取锌贮备溶液(3.16)10.00 mL 置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

## 4 仪器

### 4.1 分光光度计。

4.2 125 mL 分液漏斗:为防止锌的沾污,使用前先依次用 50%(V/V)硝酸,去离子水洗涤,最后用柠檬酸钠溶液(3.15)双硫脲溶液(3.12)各 5 mL 的混合液,摇 1 min 后,弃去。其他玻璃器皿经 50%(V/V)硝酸浸泡后,用水洗净。

## 5 样品

用聚乙烯瓶采样,使用前用硝酸溶液(3.8)浸泡 24 h,然后用水冲洗洁净。采样后立即用硝酸(3.2)酸化至 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,随同试料做平行操作。用所得吸光度查得空白值。

若空白值超出置信区间时,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,加入 5 mL 硝酸(3.2),在电热板上加热,蒸发到 10 mL 左右,冷却,加入 5 mL 硝酸(3.2),4 mL 高氯酸(3.3),如样品污染不严重可用少量过氧化氢代替高氯酸继续加热消解,蒸发至近干,用热硝酸溶液(3.9)溶解,过滤于 100 mL 容量瓶中,并用热水洗涤,冷却后,用盐酸(3.7)或氨水(3.5)调节 pH 至 2~3 之间,最后用水稀释至标线。

### 6.2.2 萃取显色

取 10.0 mL 消解液(6.2.1)置于 125 mL 分漏斗中,加入 5 mL 乙酸钠缓冲溶液(3.10),1 mL 硫代硫酸钠溶液(3.11),摇匀,再加入 10 mL 双硫脲四氯化碳溶液(3.14),摇 4 min,待分层后,在分液漏斗管颈内塞入一小团脱脂棉花,将双硫脲四氯化碳层放入 20 mm 比色皿中。

### 6.2.3 吸光度测量

将萃取液(6.2.2)在波长 535 nm 处测量吸光度,用四氯化碳(3.6)作参比。

### 6.2.4 确定锌含量

将测得吸光度扣除空白试验(6.1)吸光度,从工作曲线上查得锌含量。

## 6.3 工作曲线绘制

在 125 mL 分液漏斗中分别加入锌标准溶液(3.16)0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL,用水补充到 10 mL,按(6.2.2)~(6.2.3)操作,从测得的吸光度,扣除零标准吸光度后,绘制吸光度对锌量的曲线。每分析一批样品需要重新绘制工作曲线。

## 7 分析结果的表述

锌的浓度  $c$ (mg/L)由下式计算:

$$c = \frac{m}{V} \times \frac{100}{10} \times 1\,000$$

式中:  $m$ ——从工作曲线上求得锌的量,mg;

$V$ ——试料体积,mL;

100——消解液定容体积,mL;

10——萃取显色用的消解液体积,mL。

**附 录 A**  
**双 硫 脲 提 纯**  
(补充件)

称取 0.5 g 双硫脲溶于 100 mL 三氯甲烷中,将所得溶液在分液漏斗中加入 50 mL 1%(V/V)氨水振摇,放入水相,重复四次,将所得水相合并,用管颈内塞入一小团脱脂棉花的漏斗过滤,以除去残余三氯甲烷,然后用盐酸或 SO<sub>2</sub> 酸化(用 SO<sub>2</sub> 酸化为宜。SO<sub>2</sub> 具有还原,且不会使溶液引入痕量的金属)。沉淀后的双硫脲,用三氯甲烷萃取几次(每次用 15~20 mL),合并萃取液,用水洗涤几次,于 50℃ 水浴上蒸去三氯甲烷,在干燥器中干燥,保存阴暗处备用。

---

**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。