

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 489—2009

代替 GB 11909—89

水质 银的测定

3, 5-Br₂-PADAP 分光光度法

Water quality – Determination of silver –
Spectrophotometric method with 3,5-Br₂-PADAP
(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2009-09-27 发布

2009-11-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

| | |
|----------------|----|
| 前言..... | II |
| 1 适用范围..... | 1 |
| 2 方法原理..... | 1 |
| 3 试剂和材料..... | 1 |
| 4 仪器和设备..... | 2 |
| 5 干扰及消除..... | 2 |
| 6 样品..... | 2 |
| 7 分析步骤..... | 3 |
| 8 结果的表示..... | 3 |
| 9 准确度和精密度..... | 4 |

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水和废水中银的监测方法，制定本标准。

本标准规定了水和废水中银的测定方法。

本标准对《水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法》(GB 11909-89)进行了修订，原标准起草单位：中国环境监测总站，本次是第一次修订。修订的主要内容：

增加共存离子干扰及消除部分并对标准文字部分进行调整修订。

自本标准实施之日起，原国家环境保护局 1989 年 12 月 25 日批准、发布的国家环境保护标准《水质 银的测定 3, 5-Br₂-PADAP 分光光度法》(GB 11909-89)废止。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站。

本标准环境保护部 2009 年 9 月 27 日批准。

本标准自 2009 年 11 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定水和废水中银的 3,5-Br₂-PADAP ([2-(3,5)-二溴-2-吡啶偶氮]-5-二乙氨基苯酚) 分光光度法。

本标准适用于受银污染的地表水及感光材料生产、胶片洗印、镀银、冶炼等行业的工业废水中银的测定。

试份体积为 25 ml, 使用光程为 10 mm 比色皿时, 本方法检出限为 0.02 mg/L, 测定下限为 0.08 mg/L, 测定上限为 1.0 mg/L。

2 方法原理

在 1% 十二烷基硫酸钠存在下, 于 pH 4.5~8.5 的乙酸盐缓冲介质中, 银与 3,5-Br₂-PADAP 生成稳定的 1:2 紫红色络合物, 其吸光度与银的浓度成正比。络合物的最大吸收波长为 570 nm; 试剂的最大吸收波长为 470 nm; 摩尔吸光系数为 $7.6 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

3 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂, 实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

3.1 硝酸 (HNO₃): $\rho=1.40 \text{ g/ml}$ 。

3.2 硫酸 (H₂SO₄): $\rho=1.84 \text{ g/ml}$ 。

3.3 高氯酸 (HClO₄): $\rho=1.68 \text{ g/ml}$ 。

3.4 过氧化氢 (H₂O₂): 30%。

3.5 硝酸 (HNO₃) 1+1 溶液: 取适量硝酸 (3.1) 加入到等体积水中, 混匀。

3.6 硝酸 (HNO₃) 溶液, $\rho(\text{HNO}_3)=1 \text{ mol/L}$: 用硝酸 (3.1) 配制。

3.7 硫酸 (H₂SO₄) 1+1 溶液: 取适量硫酸 (3.2) 加入到等体积水中, 混匀。

3.8 氢氧化钠 (NaOH) 溶液, $\rho(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$: 称取 40 g 氢氧化钠溶于水, 并稀释至 1 L。

3.9 过氧化氢溶液 (H₂O₂), $\rho(\text{H}_2\text{O}_2)=3\% (\text{V/V})$: 取过氧化氢 (3.4) 10 ml 用水稀释至 100 ml。

3.10 Na₂-EDTA 溶液, $\rho(\text{Na}_2\text{-EDTA})=0.1 \text{ mol/L}$: 将 37.24g Na₂-EDTA (C₁₀H₁₄N₂O₃Na₂•2H₂O)

溶于水中，并稀释到 1000 ml。

3.11 柠檬酸钠溶液， $\rho=50\text{ g/L}$ ：称取 50g 柠檬酸钠，溶于水，稀释至 1000 ml。

3.12 十二烷基硫酸钠（简称 sls）溶液， $\rho=10\text{ g/L}$ ：称取 1g 十二烷基硫酸钠溶于 100 ml 水中。

3.13 乙酸-乙酸钠缓冲溶液， $\text{pH}=5$ ：用 1 mol/L 乙酸钠和 1 mol/L 乙酸溶液在 pH 计指示下，适量混合至所需 pH 值。

3.14 3,5-Br₂-PADAP 乙醇溶液， $\rho(3,5\text{-Br}_2\text{-PADAP})=0.3\text{ g/L}$ ：溶解 0.03 g 3,5-Br₂-PADAP 于 100 ml 无水乙醇中。

3.15 银标准贮备液， $\rho(\text{Ag})=1.00\text{ mg/ml}$ ：准确称取 0.1575 g 硝酸银，加入 10 ml 硝酸溶液（3.6），溶解后转移至 100 ml 容量瓶中，用水稀释到标线，摇匀，保存于棕色瓶中。

3.16 银标准使用溶液， $\rho(\text{Ag})=0.100\text{ mg/ml}$ ：将 10.00 ml 银标准贮备液（3.15）转移至 100 ml 容量瓶中，加入 2 ml 硝酸溶液（3.5），用水稀释到标线，贮于棕色玻璃瓶中避光保存。

3.17 银标准使用液， $\rho(\text{Ag})=5.0\text{ }\mu\text{g/ml}$ ：将 5.00 ml 银标准使用溶液（3.16）转移至 100 ml 容量瓶中，用水稀释到标线，使用前配置。

3.18 甲基橙指示液， $w(\text{甲基橙})=10\%$ ：将 0.1 g 甲基橙（methy orange）溶于水中并稀释到 100 ml。

4 仪器和设备

4.1 分光光度计及 10 mm 石英比色皿。

4.2 pH 计。

4.3 100、1000 ml 容量瓶。

5 干扰及消除

加入掩蔽剂 0.1 mol/L Na₂-EDTA 溶液 2ml，可掩蔽 Co²⁺、Bi³⁺各 50 μg ，Cr³⁺、Ba²⁺、Sr²⁺、各 100 μg ，Cd²⁺、Cu²⁺、Pb²⁺、Ni²⁺、Mn²⁺、VO³⁻、Hg²⁺各 200 μg ，Fe²⁺ 400 μg 、Fe³⁺ 500 μg ，Al³⁺、Mg²⁺、K⁺、Na⁺、Ca²⁺各 1000 μg 对测定 5.0 $\mu\text{g Ag}^+$ 的影响。Cl⁻、Br⁻、I⁻、S₂O₃²⁻、SCN⁻ 和 S²⁻ 产生负干扰，易在用强酸消解水样时被分解除去。

6 样品

6.1 采集与保存

测定银的水样，应用聚乙烯瓶收集和贮存，用浓硝酸将水样酸化到 pH 1~2，并尽快分析，采集的水样应避光保存。

6.2 试样的制备

除非证明试样的预处理是不必要的，可直接制备试样进行比色，否则应按如下步骤进行前处理。

取 25.0 ml 均匀试样于 100 ml 烧杯内（如银的浓度超过 1.0 mg/L 时，可适当少取，或用水稀释至适当浓度后，再分取）。于试料中，依次加入 5 ml 硝酸（3.5），1 ml 硫酸（3.2）和 6.5 ml 过氧化氢溶液（3.9），加盖表面皿，在电热板上小心加热至沸，5~10 min 后取下冷却，加入 1~2 ml 高氯酸（3.3），在电热板上蒸发至近干。冷却后，加 1 ml 硝酸溶液（3.6），以少许水冲洗杯壁，移至电热板上温热溶解盐类。然后小心移入 25 ml 容量瓶中。

7 分析步骤

7.1 校准曲线

7.1.1 于 8 个 25 ml 容量瓶中，分别加入 0、0.50、1.00、2.00、2.50、3.00、4.00、5.00 ml 银标准使用液（3.17），用少量水洗涤管壁。

7.1.2 于上述容量瓶中，加入 1 ml 柠檬酸钠溶液（3.11），滴加 1 滴甲基橙指示剂（3.18），用氢氧化钠溶液（3.8）中和溶液由红变黄，依次加入 2 ml 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（3.13），2 ml Na₂-EDTA 溶液（3.10），2 ml 十二烷基硫酸钠溶液（3.12），2 ml 3,5-Br₂-PADAP 乙醇溶液（3.14）（每加一种试剂后均需摇匀）。用水稀释至标线，摇匀。放置 20min 后，用 10 mm 比色皿，于 570 nm 波长处，测量吸光度。以水为参比，测量试剂空白（零浓度）的吸光度。以减去试剂空白（零浓度）后的吸光度，对应的银含量（微克）绘制校准曲线。

7.2 样品测定

取适量经消解的水样（含 Ag⁺ < 35 μg）置于 25 ml 容量瓶中，用少量水洗涤管壁，以下按 7.1.2 进行。从校准曲线上查出样品中的含银量或用回归方程进行计算。

8 结果

水样中银含量按下式计算：

$$\rho = \frac{m}{V}$$

式中：m——由校准曲线查得或由回归方程计算得试料含银量，μg。

V——所取试样体积，ml。

ρ ——水样含银浓度，mg/L。

9 精密度和准确度

五个实验室，分析用蒸馏水配置的含银 1.00 mg/L 的统一样品（样品加氨水和碘化氰保存）。

9.1 重复性

重复性相对标准偏差为 1.60%。

9.2 再现性

再现性相对标准偏差为 1.75%。
