

# HJ

## 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 490—2009

代替 GB 11908—89

---

### 水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法

Water quality – Determination of silver –  
Spectrophotometry with cation 2B

（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
10 注意事项.....	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 镉试剂 2B 分光光度法》（GB 11908-89）进行了修订，原标准起草单位：中国环境监测总站，首次发布于：1989 年，本次是第一次修订。主要修订内容：

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 镉试剂 2B 分光光度法》（GB 11908-89）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 镉试剂 2B 分光光度法

## 1 适用范围

本标准规定了水和废水中银的镉试剂 2B 分光光度测定方法。

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 0.01 mg/L，测定下限为 0.04 mg/L，测定上限为 0.8 mg/L。

## 2 方法原理

在曲力通 X-100 (Triton X-100) 存在下的四硼酸钠缓冲介质中，镉试剂 2B 与银离子生成络合比为 4: 1 的稳定的紫红色络合物，该络合物至少可以稳定 24 h，且颜色强度与银的浓度成正比，该络合物的最大吸收波长为 554 nm；镉试剂 2B 是棕褐色的固体粉末，在弱酸或碱性介质中以分子形式存在，试剂为黄色，最大吸收波长为 445 nm。

## 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化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

3.1 硝酸 (HNO<sub>3</sub>): ρ=1.40 g/ml。

3.2 硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>): ρ=1.84 g/ml。

3.3 高氯酸 (HClO<sub>4</sub>): ρ=1.68 g/ml。

3.4 过氧化氢 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>): 30%。

3.5 乙醇 (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH): 95%。

3.6 硝酸 (HNO<sub>3</sub>) 1+1 溶液: 取 50 ml 硝酸 (3.1) 加入到 50ml 水中，混匀。

3.7 氢氧化钠 (NaOH) 溶液, ρ (NaOH) =1 mol/L: 称取 40 g 氢氧化钠溶于水，并稀释至 1L。

3.8 Na<sub>2</sub>-EDTA 溶液, ρ(Na<sub>2</sub>-EDTA)=0.05 mol/L: 将 1.86 g Na<sub>2</sub>-EDTA (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Na<sub>2</sub>•2H<sub>2</sub>O) 溶于水中，并稀释到 100 ml。

3.9 四硼酸钠溶液, ρ (四硼酸钠) =50 g/L: 将 10 g 四硼酸钠 (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>•10H<sub>2</sub>O) 溶于水中，

并稀释到 200 ml。

3.10 曲力通 X-100 溶液,  $\rho$  (曲力通 X-100) = 5% (v/v): 将 5ml 曲力通 X-100 [Triton X-100,  $(\text{CH}_3)_3\text{CCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{-C}_6\text{H}_4(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OH}_{n \sim 10}$ ] 溶于 95 ml 水中, 可加热使其溶解。

3.11 镉试剂 2B 乙醇溶液,  $\rho$  (镉试剂 2B) = 0.4 g/L: 溶解 0.080 g 镉试剂 2B (4-硝基萘重氮氨基偶氮苯,  $\text{O}_2\text{NC}_{10}\text{H}_6\text{N:NNHC}_6\text{H}_4\text{N:NC}_6\text{H}_5$ ) 于 200ml 乙醇 (3.5) 中, 加入 2 滴氢氧化钠溶液 (3.7), 用 4 号砂芯漏斗过滤除去不溶物。

3.12 银标准贮备液,  $\rho$  (Ag) = 1.00 mg/ml: 准确称取 0.1575 g 硝酸银 ( $\text{AgNO}_3$ ), 溶于适量水中, 加入 2ml 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。贮于棕色玻璃瓶中避光保存, 至少可稳定一个月。

3.13 银标准溶液,  $\rho$  (Ag) = 0.100 mg/ml: 将 10.00 ml 银标准贮备液 (3.12) 转移至 100 ml 容量瓶中, 加入 2 ml 硝酸溶液 (3.6), 用水稀释到标线。贮于棕色玻璃瓶中避光保存。

3.14 银标准使用液,  $\rho$  (Ag) = 4.0  $\mu\text{g}$ /ml: 将 20.00 ml 银标准溶液 (3.13) 转移至 500 ml 容量瓶中, 用水稀释到标线, 使用前配制。

3.15 甲基橙溶液,  $w$  (甲基橙) = 10%: 将 0.010 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 容量瓶: 50、100、500、1000 ml。

## 5 干扰及消除

不加掩蔽剂 EDTA 时, 在此条件下,  $\text{Na}^+$ 、 $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ 、 $\text{PO}_3^-$  各 100 mg,  $\text{K}^+$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{PO}_4^{3-}$ 、柠檬酸根各 10 mg,  $\text{As}^{3+}$ 、 $\text{WO}_4^{2-}$ 、 $\text{MoO}_4^{2-}$ 、 $\text{ClO}_4^-$ 、 $\text{BrO}_3^-$ 、 $\text{IO}_3^-$ 、 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$  各 1.0 mg 以及  $\text{Be}^{2+}$ 、 $\text{Cr}^{6+}$ 、 $\text{SeO}_3^{2-}$ 、 $\text{TeO}_3^{2-}$ 、 $\text{VO}_3^-$  各 0.1 mg 不干扰 10  $\mu\text{g}$   $\text{Ag}^+$  的测定, 少量的  $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$  等有正干扰, 但加入 0.05 mol/L  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  溶液 0.5 ml, 至少可掩蔽  $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{La}^{3+}$  各 1.0mg 和  $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Pd}^{2+}$ 、 $\text{Y}^{3+}$  各 100  $\mu\text{g}$  对测定 10  $\mu\text{g}$   $\text{Ag}^+$  的影响。

## 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。

感光材料生产和胶片洗印、镀银等行业的废水，样品采集后不加酸，并立即进行分析。

采集的水样应避免光照。

### 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 0.8 mg/L，可适当减少试样，用水稀释至 25 ml。于试料中，依次加入 4 ml 硝酸（3.1），1 ml 硫酸（3.2）和 0.5 ml 过氧化氢（3.4）。在电热板上缓慢加热至冒白烟。取下冷却后，加入 1ml 高氯酸，加盖表面皿，继续加热至近干。冷却后，加 0.5 ml 硝酸（3.6），再用少许水冲洗杯壁，微热溶解残渣。然后，小心洗入 25 ml 容量瓶中，溶液体积不宜超过 15 ml。

有沉淀或悬浮物的试样，如感光材料、洗印废水等，应尽量取均匀试样制备试料。

样品复杂，含有机物质较多，或有沉淀等可多加硝酸反复消解，较清洁样品加硝酸和高氯酸一次消解即可。在消解过程中，不宜蒸干。否则，银有损失。

即使用浓硝酸将水样酸化到 pH 1~2，也不宜贮存，应尽快分析。特别是洗印废水，样品采集后，应不加酸，立即制备试料进行分析。

## 7 分析步骤

### 7.1 校准曲线

7.1.1 于 7 个 25 ml 容量瓶中，分别加入 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 银标准溶液（3.14）。

7.1.2 于上述容量瓶中，加入 0.5 ml  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  溶液（3.8），滴加 1 滴甲基橙指示剂（3.15），用氢氧化钠溶液（3.7）调至指示剂刚好变黄。依次加入 2ml 四硼酸钠溶液（3.9），1.0 ml 曲力通 X-100 溶液（3.10）和 1.5 ml 镉试剂 2B 乙醇溶液（3.11）。用水稀释至标线，摇匀。放置 10 min 后，用 10 mm 比色皿，于 554 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，对应银含量（微克）绘制校准曲线。

## 7.2 样品测定

准确吸取 1~15 ml 试份（视水中银含量而定）置于 25 ml 容量瓶中，以下按 7.1.2 进行。  
从校准曲线上查出试料中的含银量或用回归方程进行计算。

## 8 结果的表示

银含量按下式计算：

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

式中： $\rho$ ——试样中银含量，mg/L

$m$ ——由校准曲线查得或由回归方程计算得试料含银量， $\mu\text{g}$ 。

$V$ ——所取试样体积，ml。

## 9 精密度和准确度

四个实验室，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 2.2%。

### 9.2 再现性

再现性相对标准偏差为 4.0%。

### 9.3 准确度

相对误差为-0.2%。