

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

2009-09-27 发布

2009-11-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公告

2009年 第47号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，现批准《水质 多环芳烃的测定 液液萃取和固相萃取高效液相色谱法》等十八项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、《水质 多环芳烃的测定 液液萃取和固相萃取高效液相色谱法》(HJ 478—2009)；
- 二、《环境空气 氮氧化物(一氧化氮和二氧化氮)的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法》(HJ 479—2009)；
- 三、《环境空气 氟化物的测定 滤膜采样氟离子选择电极法》(HJ 480—2009)；
- 四、《环境空气 氟化物的测定 石灰滤纸采样氟离子选择电极法》(HJ 481—2009)；
- 五、《环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法》(HJ 482—2009)；
- 六、《环境空气 二氧化硫的测定 四氯汞盐吸收-副玫瑰苯胺分光光度法》(HJ 483—2009)；
- 七、《水质 氟化物的测定 容量法和分光光度法》(HJ 484—2009)；
- 八、《水质 铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法》(HJ 485—2009)；
- 九、《水质 铜的测定 2,9-二甲基-1,10 菲罗啉分光光度法》(HJ 486—2009)；
- 十、《水质 氟化物的测定 茜素磺酸锆目视比色法》(HJ 487—2009)；
- 十一、《水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法》(HJ 488—2009)；
- 十二、《水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法》(HJ 489—2009)；
- 十三、《水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法》(HJ 490—2009)；
- 十四、《土壤 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(HJ 491—2009)；
- 十五、《空气质量 词汇》(HJ 492—2009)；
- 十六、《水质 样品的保存和管理技术规定》(HJ 493—2009)；
- 十七、《水质 采样技术指导》(HJ 494—2009)；
- 十八、《水质 采样方案设计技术指导》(HJ 495—2009)。

以上标准自2009年11月1日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在环境保护部网站(bz.mep.gov.cn)查询。

自以上标准实施之日起，由原国家环境保护局批准、发布的下述二十项国家环境保护标准废止，标准名称、编号如下：

- 一、《水质 六种特定多环芳烃的测定 高效液相色谱法》(GB 13198—91)；
- 二、《空气质量 氮氧化物的测定 盐酸萘乙二胺比色法》(GB 8969—88)；
- 三、《环境空气 氮氧化物的测定 Saltzman 法》(GB/T 15436—1995)；
- 四、《环境空气 氟化物质量浓度的测定 滤膜·氟离子选择电极法》(GB/T 15434—1995)；
- 五、《环境空气 氟化物的测定 石灰滤纸·氟离子选择电极法》(GB/T 15433—1995)；
- 六、《环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法》(GB/T 15262—94)；
- 七、《空气质量 二氧化硫的测定 四氯汞盐-盐酸副玫瑰苯胺比色法》(GB 8970—88)；
- 八、《水质 氟化物的测定 第一部分 总氟化物的测定》(GB 7486—87)；

HJ 490—2009

- 九、《水质 氰化物的测定 第二部分 氰化物的测定》(GB 7487—87);
 - 十、《水质 铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法》(GB 7474—87);
 - 十一、《水质 铜的测定 2,9-二甲基-1,10-菲罗啉分光光度法》(GB 7473—87);
 - 十二、《水质 氰化物的测定 茜素磺酸锆目视比色法》(GB 7482—87);
 - 十三、《水质 氰化物的测定 氟试剂分光光度法》(GB 7483—87);
 - 十四、《水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法》(GB 11909—89);
 - 十五、《水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法》(GB 11908—89);
 - 十六、《土壤质量 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB/T 17137—1997);
 - 十七、《空气质量 词汇》(GB 6919—86);
 - 十八、《水质采样 样品的保存和管理技术规定》(GB 12999—91);
 - 十九、《水质 采样技术指导》(GB 12998—91);
 - 二十、《水质 采样方案设计技术规定》(GB 12997—91)。
- 特此公告。

2009年9月27日

目 次

前 言.....	iv
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.....	2
8 结果的表示.....	3
9 精密度和准确度.....	3

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，原标准起草单位为中国环境监测总站，首次发布于1989年，本次是第一次修订。

主要修订内容如下：

——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的分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

3.1 硝酸 (HNO₃): $\rho=1.40$ g/ml。

3.2 硫酸 (H₂SO₄): $\rho=1.84$ g/ml。

3.3 高氯酸 (HClO₄): $\rho=1.68$ g/ml。

3.4 过氧化氢 (H₂O₂): 30%。

3.5 乙醇 (C₂H₅OH): 95%。

3.6 硝酸 (HNO₃) 1+1 溶液: 取 50 ml 硝酸 (3.1) 加入到 50 ml 水中，混匀。

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

3.8 EDTA-2Na 溶液, $\rho(\text{EDTA-2Na})=0.05$ mol/L: 将 1.86 g EDTA-2Na (C₁₀H₁₄N₂O₃Na₂ · 2H₂O) 溶于水中，并稀释到 100 ml。

3.9 四硼酸钠溶液, $\rho(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)=50$ g/L: 将 10 g 四硼酸钠 (Na₂B₄O₇ · 10H₂O) 溶于水中，并稀释到 200 ml。

3.10 曲力通 X-100 溶液, $\rho(\text{曲力通 X-100})=5\%$ (体积分数): 将 5 ml 曲力通 X-100[Triton X-100, (CH₃)₃CCH₂C(CH₃)₂-C₆H₄(OCH₂CH₂)_nOH_{n-10}]溶于 95 ml 水中，可加热使其溶解。

3.11 镉试剂 2B 乙醇溶液, $\rho(\text{镉试剂 2B})=0.4$ g/L: 溶解 0.080 g 镉试剂 2B (4-硝基萘重氮氨基偶氮苯, O₂NC₁₀H₆N: NNHC₆H₄N: NC₆H₅) 于 200 ml 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, $\rho(\text{Ag})=1.00$ mg/ml: 准确称取 0.157 5 g 硝酸银 (AgNO₃)，溶于适量水中，加入 2 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。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, $\rho(\text{Ag})=0.100$ 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。

HJ 490—2009

3.14 银标准使用液, $\rho(\text{Ag})=4.0 \mu\text{g/ml}$: 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, $w(\text{甲基橙})=10\%$: 将 0.010 g 甲基橙 (methyl 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、1 000 ml。

5 干扰及消除

不加掩蔽剂 EDTA 时, 在此条件下, Na^+ 、 $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ 、 PO_3^- 各 100 mg, K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 NH_4^+ 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、柠檬酸根各 10 mg, As^{3+} 、 WO_4^{2-} 、 MoO_4^{2-} 、 ClO_4^- 、 BrO_3^- 、 IO_3^- 、 $\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$ 各 1.0 mg 以及 Be^{2+} 、 Cr^{6+} 、 SeO_3^{2-} 、 TeO_3^{2-} 、 VO_3^- 各 0.1 mg 不干扰 $10 \mu\text{g Ag}^+$ 的测定, 少量的 Cd^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 等有正干扰, 但加入 0.05 mol/L EDTA-2Na 溶液 0.5 ml, 至少可掩蔽 Cd^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Fe^{2+} 、 La^{3+} 各 1.0 mg 和 Co^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 、 Pd^{2+} 、 Y^{3+} 各 100 μg 对测定 $10 \mu\text{g Ag}^+$ 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 1 ml 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 0.00、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 EDTA-2Na 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 2 ml 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 (μg) 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

银质量浓度按下式计算：

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

式中： ρ ——试样中银质量浓度，mg/L；

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。

9 精密度和准确度

4 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%。

中华人民共和国国家环境保护标准

水质 银的测定
镉试剂 2B 分光光度法

HJ 490—2009

*

中国环境科学出版社出版发行
(100062 北京崇文区广渠门内大街 16 号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2009 年 11 月第 1 版 开本 880×1230 1/16

2009 年 11 月第 1 次印刷 印张 0.75

字数 40 千字

统一书号: 135111·022

定价: 12.00 元