

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

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 菲啰啉分光光度法》(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 489—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.....	2
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 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法》(GB 11909—89)进行了修订，原标准起草单位为中国环境监测总站，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 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 $7.6 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。

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), $\rho(\text{H}_2\text{O}_2) = 3\%$ (体积分数): 取过氧化氢 (3.4) 10 ml 用水稀释至 100 ml。

3.10 EDTA-2Na 溶液, $\rho(\text{EDTA-2Na}) = 0.1 \text{ mol/L}$: 将 37.24 g EDTA-2Na (C₁₀H₁₄N₂O₃Na₂ · 2H₂O) 溶于水中, 并稀释到 1 000 ml。

3.11 柠檬酸钠溶液, $\rho = 50 \text{ g/L}$: 称取 50 g 柠檬酸钠, 溶于水, 稀释至 1 000 ml。

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

3.13 乙酸-乙酸钠缓冲溶液, 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 0.157 5 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。

HJ 489—2009

3.17 银标准使用液, $\rho(\text{Ag})=5.0 \mu\text{g/ml}$: 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 (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。

4.3 100 ml、1 000 ml 容量瓶。

5 干扰及消除

加入掩蔽剂 0.1 mol/L EDTA-2Na 溶液 2 ml, 可掩蔽 Co^{2+} 、 Bi^{3+} 各 50 μg , Cr^{3+} 、 Ba^{2+} 、 Sr^{2+} 各 100 μg , Cd^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 、 VO^{3-} 、 Hg^{2+} 各 200 μg , Fe^{2+} 400 μg 、 Fe^{3+} 500 μg , Al^{3+} 、 Mg^{2+} 、 K^{+} 、 Na^{+} 、 Ca^{2+} 各 1 000 μg 对测定 5.0 μg Ag^{+} 的影响。 Cl^{-} 、 Br^{-} 、 I^{-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 SCN^{-} 和 S^{2-} 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 0.00、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 EDTA-2Na 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 20 min 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 (μg) 绘制校准曲线。

7.2 样品测定

取适量经消解的水样 (含 $\text{Ag}^{+}<35 \mu\text{g}$) 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： ρ ——水样中银质量浓度，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

5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%。

中华人民共和国国家环境保护标准
水质 银的测定
3,5-Br₂-PADAP 分光光度法
HJ 489—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: 135111·021

定价: 12.00元