

ICS 13.030.01

Z 04

备案号:41922~41926—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4550.1~4550.5—2013

---

### 废弃化学品中镉的测定 (2013)

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 4550.1	2013	废弃化学品中镉的测定	第 1 部分:石墨炉原子吸收分光光度法	..... (1)
HG/T 4550.2	2013	废弃化学品中镉的测定	第 2 部分:火焰原子吸收分光光度法	..... (11)
HG/T 4550.3	2013	废弃化学品中镉的测定	第 3 部分:镉试剂分光光度法	..... (21)
HG/T 4550.4	2013	废弃化学品中镉的测定	第 4 部分:原子荧光法	..... (31)
HG/T 4550.5	2013	废弃化学品中镉的测定	第 5 部分:电感耦合等离子体发射光谱法	..... (43)

ICS 13.030.01  
Z 04  
备案号:41924—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4550.3—2013

---

### 废弃化学品中镉的测定 第3部分:镉试剂分光光度法

Determination of cadmium in waste chemicals—  
Part 3: Cadion spectrophotometric method

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

HG/T 4550《废弃化学品中镉的测定》分为五个部分：

- 第 1 部分：石墨炉原子吸收分光光度法；
- 第 2 部分：火焰原子吸收分光光度法；
- 第 3 部分：镉试剂分光光度法；
- 第 4 部分：原子荧光法；
- 第 5 部分：电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 HG/T 4550 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国废弃化学品处置标准化技术委员会(SAC/TC 294)归口。

本部分起草单位：中海油天津化工研究设计院、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本部分主要起草人：赵美敬、李子枸、芮雪、李德芹。

## 废弃化学品中镉的测定

### 第3部分：镉试剂分光光度法

#### 1 范围

本部分规定了镉试剂分光光度法测定废弃化学品中镉含量的方法提要，试剂和材料，仪器、设备，样品处理，分析步骤和结果计算。

本部分适用于化学废渣、废水(液)、废表面处理剂、油漆渣等废弃化学品中镉含量的测定；也可用于土壤或污泥中镉含量的测定。所测试液中镉含量为 0.01 mg/L~0.12 mg/L。

#### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 2008 分析实验室用水规格和试验方法

HJ/T 64.3—2001 大气固定污染源 镉的测定 对-偶氮苯重氮氨基偶氮苯磺酸分光光度法

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

#### 3 警告

本分析方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤上立即用水冲洗，严重者应立即治疗。氰化钾是剧毒品，在分析操作时应严格按照安全要求进行，操作时应小心谨慎，佩戴防护用品。

#### 4 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、试剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

#### 5 方法提要

试样经消化后，在碱性溶液中，在非离子表面活性剂存在下，镉离子与镉试剂(对偶氮苯重氮氨基偶氮苯磺酸，缩写 ADAAS)作用生成稳定的红色络合物，于波长 532 nm 处有最大吸光度。

#### 6 试剂和材料

6.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲：pH≈10。

6.2 曲力通 X-100 溶液：2+98。

量取 2 mL 曲力通 X-100，溶于 98 mL 水中，可加热使其溶解。

6.3 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。

6.4 氰化钾-酒石酸钾钠混合溶液。

警告：氰化钾为剧毒物质，使用和保存必须严格按照规定要求。

称取 0.15 g 氰化钾溶于 100 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液中，并加入 5 g 酒石酸钾钠。此溶液含

HG/T 4550. 3—2013

0.15 %氰化钾和 5 %酒石酸钾钠。

6.5 对偶氮苯重氮基偶氮苯磺酸(ADAAS)显色剂。

称取 80 mg 纯化的对偶氮苯重氮基偶氮苯磺酸,溶于 80 mL 二甲基甲酰胺(DMF)中,加入 120 mL 水,滴加 2 滴~3 滴 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液,摇匀。

6.6 甲醛溶液:2+98。

6.7 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.001 0 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的镉标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。再移取 1.00 mL 上述试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

7 仪器、设备

分光光度计。

8 样品处理

参见附录 A 中提供的样品处理方法进行试验溶液和空白试验溶液的制备。

9 分析步骤

9.1 工作曲线的绘制

取 7 个 50 mL 容量瓶,依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 镉标准溶液,分别加入 2 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、0.5 mL 曲力通 X-100 溶液、1 mL 氰化钾-酒石酸钾钠混合溶液,冲洗内壁,摇匀(不必用力摇动,以免生成大量泡沫)。片刻后,加入 1.5 mL ADAAS 显色剂、1 mL 甲醛溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min 后,使用 1 cm 比色皿,用水调零,在分光光度计上于波长 532 nm 处测其吸光度。从每个标准比色液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以镉质量为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

9.2 干扰

按 HJ/T 64.3 2001 中 8.2.2 第一段的规定。

铁、铝含量大于 500 μg 的样品,采用碘化钠介质,MIBK 萃取分离,萃取操作步骤参见附录 B。

9.3 测定

移取适量的参照附录 A 制备的试验溶液和空白试验溶液,分别置于 2 个 50 mL 容量瓶中,滴加氢氧化钠溶液调节 pH 值至近中性,加入 2 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、0.5 mL 曲力通 X-100 溶液、1 mL 氰化钾-酒石酸钾钠混合掩蔽剂,缓慢摇匀,加入 1.5 mL ADAAS 显色剂、1 mL 甲醛溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min 后,使用 1 cm 比色皿,用水调零,在分光光度计上于波长 532 nm 处测其吸光度。从工作曲线上查出相应的镉质量。

10 结果计算

固体试样中镉含量以镉(Cd)的质量分数  $w$  计,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(m_1 - m_0) / 1\,000}{m \times V_1 / V} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m_1$  从工作曲线上查出的试验溶液中镉质量的数值,单位为毫克(mg);
- $m_0$  从工作曲线上查出的空白试验溶液中镉质量的数值,单位为毫克(mg);
- $V_1$  移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V$  试验溶液定容体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

液体试样中镉含量以镉(Cd)的质量浓度  $\rho$  计,数值以 mg/L 表示,按公式(2)计算:

$$\rho=\frac{m_1-m_0}{V_1/1\,000}\times k \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中镉质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中镉质量的数值,单位为毫克(mg);

$V_1$ ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$k$ ——试验溶液的稀释倍数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10 %。

**附 录 A**  
**(资料性附录)**  
**样品处理**

**A. 1 试剂和材料**

- A. 1. 1 盐酸。
- A. 1. 2 硝酸。
- A. 1. 3 氢氟酸。
- A. 1. 4 高氯酸。
- A. 1. 5 过氧化氢。
- A. 1. 6 硝酸溶液:1+1。
- A. 1. 7 硝酸溶液:1+99。

**A. 2 仪器、设备**

- A. 2. 1 微波消解仪。
- A. 2. 2 电热板。

**A. 3 样品处理**

**A. 3. 1 固体样品处理**

**A. 3. 1. 1 常压酸消解法一**

称取有代表性的试样约 0.5 g,精确至 0.000 2 g,置于铂坩埚中,用少许水润湿,加 10 mL 盐酸,置于可控温的电热板上低温加热溶解,蒸发至约剩 5 mL 时加入 15 mL 硝酸继续加热至近黏稠状,加入 5 mL 氢氟酸加热分解二氧化硅及胶态硅酸盐,最后加入 5 mL 高氯酸加热至白烟冒尽。取下稍冷,用水冲洗坩埚内壁,并加入 1 mL 硝酸溶液(A. 1. 6)温热溶解残渣,冷却后过滤,用水分次洗坩埚(冲洗次数不少于 3 次),滤液及洗涤液收集于 50 mL 塑料容量瓶中,用硝酸溶液(A. 1. 7)稀释至刻度,摇匀。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

**A. 3. 1. 2 常压酸消解法二**

称取有代表性的试样约 1.0 g,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(A. 1. 6),盖上表面皿置于可控温的电热板上,加热至近沸,保持近沸状态 10 min~15 min。取下,冷却后加入 5 mL 硝酸,盖上表面皿保持近沸状态 30 min,如有棕色烟,重复这一步骤(每次加入 5 mL 硝酸),直到样品不再有棕色烟产生。将溶液在近沸状态下蒸发至约 5 mL,冷却后加入 2 mL 水和 3 mL 过氧化氢,盖上表面皿加热直至无大量气泡产生,继续加热使溶液蒸发至约 5 mL。向该溶液中加入 10 mL 盐酸,盖上表面皿保持近沸状态 15 min(如有棕色烟,重复此步骤至不再有棕色烟产生),冷却,过滤,洗涤(洗涤次数不少于 3 次),滤液及洗涤液收集于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(A. 1. 7)稀释至刻度,摇匀。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

注:此消解法不适用于硅酸盐基体和复杂基体的样品消解。

**A. 3. 1. 3 微波消解法**

称取有代表性的试样 0.5 g,精确至 0.000 2 g,置于微波消解罐中,加 9 mL 硝酸和 3 mL 氢氟酸,在罐口放一片安全膜后,盖上罐盖,放入微波消解仪中按照选定的工作条件进行消解(5.5 min 内升温至 180 ℃,保持此温度 10 min)。消解完毕后让罐冷却 5 min 后取出罐体,冷却至室温,开盖,过滤,用硝酸溶液(A. 1. 7)洗涤消解罐,合并滤液于 50 mL 塑料容量瓶中,用硝酸溶液(A. 1. 7)稀释至刻度,摇匀。



同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

注:微波消解的程序设置可根据具体样品情况和仪器条件选择。

**A.3.2 液体样品处理**

取 100 mL 有代表性的液体试样,置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸,盖上表面皿,加热至 5 mL 左右,再加 5 mL 硝酸继续加热至近干,加 5.5 mL 高氯酸,加热至白烟冒尽。冷却,加水溶解后过滤,用水分次冲洗烧杯壁及表面皿(洗涤次数不少于 3 次),滤液及洗涤液收集于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(A.1.7)稀释至刻度,摇匀。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

附 录 B  
(资料性附录)  
碘化钠-MIBK 萃取操作

B.1 适用范围

当酸浸取液中铁、铝离子的含量超过 500  $\mu\text{g}$  时,采用下列操作步骤。

B.2 试剂和材料

B.2.1 甲基异丁基酮(MIBK)。

B.2.2 碘化钠溶液: $c(\text{NaI})\approx 2\text{ mol/L}$ 。

称取 30 g 碘化钠,溶于 100 mL 水中。

B.2.3 碘化钠-抗坏血酸混合液。

称取 1 g 抗坏血酸,溶于 100 mL 碘化钠溶液中(B.2.2),摇匀。

B.2.4 洗萃液。

取 200 mL 水,加入 5 mL MIBK,摇匀,制成饱和 MIBK 水溶液,用移液管取下层溶液使用。

B.2.5 反萃液。

按 3+2+1 比例,将蒸馏水、氨-氯化铵缓冲溶液甲(6.1),氰化钾-酒石酸钾钠混合溶液(6.4),混合,摇匀。

B.2.6 其他试剂同第 6 章。

B.3 仪器、设备

同第 7 章。

B.4 分析步骤

B.4.1 萃取分离

移取适量的参照附录 A 制备的试验溶液和空白试验溶液分别置于 2 个 125 mL 分液漏斗中,加 3 mL 碘化钠-抗坏血酸、10 mL MIBK,萃取 2 min~3 min,放掉水相,再用 5 mL 洗萃液振摇数次,静置,弃去水相。然后,加 6 mL 反萃液,反萃 2 min,水相放入 50 mL 容量瓶中,加少量水洗涤有机相 2 次~3 次,合并加入容量瓶中。

B.4.2 比色测定

向上述容量瓶中加入 0.5 mL 曲力通 X-100 溶液、1.5 mL ADAAS 显色剂、1 mL 甲醛溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min 后,使用 1 cm 比色皿,用水调零,在分光光度计上于波长 532 nm 处测其吸光度。从工作曲线上查出相应的镉质量。

B.4.3 结果计算

同第 10 章。

