

ICS 13.030.01
Z 04
备案号：55293—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5013—2016

废弃化学品中铜的测定

Determination of copper in waste chemicals

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会（SAC/TC294）归口。

本标准起草单位：浙江华友钴业有限公司、淮安市产品质量监督检验所、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。

本标准主要起草人：郁惠坤、赵接红、汤立忠、陆思伟、梁媛、王莹。

废弃化学品中铜的测定

1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）测定废弃化学品中铜含量的原理、试剂、仪器、样品处理、分析步骤和结果计算。

本标准适用于化学废渣、废水（液）、废表面处理剂、油漆渣等废弃化学品中铜含量的测定。本方法检出限 $6.9 \mu\text{g/L}$ ，检测范围 $5 \mu\text{g/mL} \sim 500 \mu\text{g/mL}$ 。

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

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 警告

使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

4 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的一级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，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 原理

试样由进样器引入雾化器，并被氩载气带入焰炬，试样中铜元素被原子化、电离、激发，以光的形式发射出能量，铜元素的含量不同，发射特征光的强度也不同，可进行铜元素定量分析。

6 试剂

6.1 硝酸。

6.2 硝酸溶液：1+1。

6.3 硝酸溶液：1+99。

HG/T 5013—2016

6.4 铜标准溶液：1 mL 溶液含铜（Cu）10 μg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 6.3）稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

7 仪器

7.1 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-AES）：配固定式普通石英炬管、玻璃同心雾化器。

7.2 微波消解仪。

8 样品处理

参见附录 A 中提供的样品处理方法进行试样溶液的制备。

9 分析步骤

9.1 空白试验溶液的制备

除不加试样外，其他均按第 8 章样品处理步骤进行。

9.2 工作曲线的绘制

在 5 个 50 mL 容量瓶中分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL 铜标准溶液，用硝酸溶液（见 6.3）稀释至刻度，混匀。参见附录 B 中仪器工作条件，测定标准溶液的特征光的强度。

从每个标准溶液的特征光的强度中减去空白试验溶液的特征光的强度，以铜的质量浓度为横坐标、对应特征光的强度为纵坐标绘制工作曲线。

注：以上工作曲线溶液的浓度仅供参考，可根据仪器和样品的实际情况进行适当的调整。

9.3 测定

移取适量参见附录 A 处理的试样溶液（V₁），置于 50 mL（V₂）容量瓶中，用硝酸溶液（见 6.3）稀释至刻度，摇匀。按照工作曲线绘制时的仪器工作条件，以水调零，分别测定空白试验溶液和试验溶液的特征光的强度，从工作曲线上得到铜的质量浓度（ρ）。若测定试验溶液的特征光的强度超出工作曲线的范围，则应对试验溶液进行适当稀释（稀释倍数 k），并保持酸度与稀释前一致。若试验溶液需要稀释，则应根据稀释的倍数重新配制空白试验溶液。

10 结果计算

固体试样中的铜含量以铜（Cu）的质量分数 w 计，数值以 μg/kg 表示，按公式（1）计算：

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V_2 \times 10^{-3}}{m(V_1/V) \times 10^{-3}} \times k \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ρ₁——从工作曲线上查得的试验溶液中铜的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；
- ρ₀——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铜的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；
- V₁——移取的试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V₂——测定试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V——附录 A 中固体试样经消解处理后的试验溶液定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

m——附录 A 中所称取固体试样的质量的数值，单位为克（g）；
k——试验溶液的稀释倍数。

液体试样中的铜含量以铜（Cu）的质量浓度 ρ 计，数值以 $\mu\text{g/L}$ 表示，按公式（2）计算：

$$\rho = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V_2 \times 10^{-3}}{V_0(V_1/V) \times 10^{-3}} \times k \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ρ_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铜的浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- ρ_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铜的浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- V_1 ——移取的试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V_2 ——测定试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V_0 ——附录 A 中所量取液体试样的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V ——附录 A 中液体试样经消解处理后的试验溶液定容体积的数值，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，两次测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 5 %。

附 录 A
(资料性附录)
样 品 处 理

A. 1 试剂

- 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 (30 %)。
- A. 1. 6 硝酸溶液：1+1。
- A. 1. 7 硝酸溶液：1+99。

A. 2 仪器

- A. 2. 1 微波消解仪。
- A. 2. 2 坩埚：材质为聚四氟乙烯。

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 50 mL 坩埚中，用少许水润湿，加入 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。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。用水分次冲洗坩埚内壁及坩埚盖（洗涤次数不少于 3 次），温热溶解残渣。冷却，消解液移入 50 mL (V) 容量瓶中。用水分次冲洗坩埚，洗涤液收集于容量瓶中，用硝酸溶液（见 A. 1. 7）稀释至刻度，摇匀。

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（见 A. 1. 6），盖上表面皿，置于可控温的电热板上，加热样品至 95 ℃±5 ℃，保持 10 min。冷却，加入 5 mL 硝酸，盖上表面皿，继续加热 30 min，重复此步骤至样品不再有棕色烟气产生。将溶液在不沸腾条件下蒸发至约 5 mL。冷却，加入 2 mL 水和 3 mL 过氧化氢 (30 %)，盖上表面皿，加热至无大量气泡产生，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，于 95 ℃±5 ℃保持 15 min。冷却，过滤，收集滤液于 50 mL (V) 容量瓶中，用硝酸溶液（见 A. 1. 7）稀释至刻度，摇匀。

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，加入 9 mL 硝酸和 3 mL 氢氟酸，在罐口放一片安全膜，盖上罐盖，放入微波消解仪中消解。消解完毕后，冷却 5 min。取出罐体，冷却至室温，开盖，过滤，用硝酸溶液（见 A.1.6）洗涤消解罐，合并滤液于 50 mL（V）容量瓶中，用硝酸溶液（见 A.1.7）稀释至刻度，摇匀。

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，参考程序设置见表 A.1。

表 A.1 微波消解参考加热程序设置

步 骤	温度/℃	时间/min
1	40	1
2	80	2
3	120	2
4	140	2
5	160	2
6	180	10

A.3.2 液体样品处理

量取 100 mL（V₀）有代表性的液体试样，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸，盖上表面皿，置于可控温的电热板上，加热蒸发至 5 mL 左右。再加入 5 mL 硝酸，继续加热至近干。加入 5.5 mL 高氯酸，加热至冒白色浓烟。冷却，加水溶解，过滤，用水分次冲洗烧杯壁及表面皿（洗涤次数不少于 3 次），收集滤液和洗涤液于 50 mL（V）容量瓶中，用硝酸溶液（见 A.1.7）稀释至刻度，摇匀。

附 录 B
(资料性附录)
电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件见表 B. 1。

表 B. 1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件

项 目	要 求
积分时间/s	5
等离子气流量/(L/min)	14
载气流量/(L/min)	0.4~0.8
辅助气流量/(L/min)	0.8~1.0
氩气压力/MPa	0.6
RF 功率/W	650
观察高度(负载线圈上方)/mm	9~16
铜元素分析线/nm	324.754