

ICS 13.060.50,71.040.40

G 76

备案号:37852—2013

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4326—2012

## 再生水中镍、铜、锌、镉、铅含量的测定 原子吸收光谱法

Reclaimed water—Determination of nickel, copper, zinc, cadmium and  
lead—Atomic absorption spectromic methods

(neq ISO 8288—1986, Water quality—Determination of cobalt,  
nickel, copper, zinc, cadmium and lead—Flame atomic absorption  
spectrometric methods)

2012-11-07 发布

2013-03-01 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。

本标准使用重新起草法参考 ISO 8288—1986《水质—钴、镍、铜、锌、镉和铅的测定—火焰原子吸收光谱法》(英文版)编制,与 ISO 8288—1986 的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准由中海油天津化工研究设计院、深圳市华测检测有限公司、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、河南清水源科技股份有限公司、嘉善海峡净水灵化工有限公司、天津正达科技有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人:白莹、钱峰、酆和生、都小兵、沈烈翔。

# 再生水中镍、铜、锌、镉、铅含量的测定

## 原子吸收光谱法

警告：本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性，使用时应避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗，严重时应立即就医。

### 1 范围

本标准规定了再生水中镍、铜、锌、镉、铅含量的测定方法——原子吸收光谱法。

本标准适用于再生水的测定。该方法适用于镍含量 0.01 mg/L~10 mg/L；铜含量 0.01 mg/L~10 mg/L；锌含量 0.005 mg/L~5 mg/L；镉含量 0.005 mg/L~5 mg/L；铅含量 0.01 mg/L~10 mg/L 范围的测定。该方法不适用于化学需氧量(COD)超过 500 mg/L 的再生水。

### 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，仅所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 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 15337—2008 原子吸收光谱分析法通则

### 3 方法提要

将待测金属与吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)形成络合物，在 pH 值为 2.5 的条件下用甲基异丁酮(MIBK)萃取后，使用火焰原子吸收光谱法测定。

### 4 试剂和材料

- 4.1 本标准所用试剂，除非另有规定，应使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682 中二级水的规定。
- 4.2 试验中所需杂质标准溶液，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 602 之规定制备。
- 4.3 硝酸。
- 4.4 甲基异丁酮(MIBK)。
- 4.5 硝酸溶液：1+9。
- 4.6 硝酸溶液：1+500。
- 4.7 盐酸溶液：1+39。
- 4.8 氢氧化钠溶液：100 g/L。
- 4.9 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶液：20 g/L。
- 4.10 镍标准溶液：0.1 mg/mL。
- 4.11 铜标准溶液：0.1 mg/mL。
- 4.12 锌标准溶液：5 mg/L。移取 5.00 mL GB/T 602—2002 中锌标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.6)稀释至刻度。
- 4.13 铅标准溶液：0.1 mg/mL。
- 4.14 镉标准溶液：5 mg/L。移取 5.00 mL GB/T 602—2002 中镉标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.6)稀释至刻度。
- 4.15 溴酚蓝指示液：1 g/L 乙醇溶液。



## 5 仪器、设备

5.1 原子吸收光谱仪:配有镍、铜、锌、铅、镉的空心阴极灯,空气-乙炔预混合燃烧器与氧化亚氮预混合燃烧器,打印机或记录仪。

5.2 乙炔钢瓶:压力不得低于 500 kPa。

5.3 空压机。

## 6 工作条件的选择

按照仪器说明书调节仪器至最佳状态,按表 1 调整各个元素的波长。仪器开机点火后稳定 5 min~10 min 再进行测定。

## 7 采样

7.1 采样容器应为聚乙烯瓶或硼硅酸玻璃瓶。采样前应预先用硝酸溶液(4.5)清洗,后用水漂洗,控干。

7.2 采样后,立即加入硝酸酸化,使其 pH 值为 1~2。通常每升水样加入 2 mL 硝酸即可。酸化后如有沉淀,使用中速定量滤纸过滤后测定。

## 8 分析步骤

### 8.1 螯合和萃取

准备至少 4 个 250 mL 的具塞分液漏斗,向其中一个加入适量试样溶液(7.2),使其镍含量满足 0.1 mg/L~3 mg/L,铜含量满足 0.1 mg/L~3 mg/L,锌含量满足 0.01 mg/L~0.5 mg/L,铅含量满足 0.1 mg/L~3 mg/L,镉含量满足 0.01 mg/L~0.5 mg/L。其余 3 个分液漏斗中分别加入 0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 镍标准溶液,0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 铜标准溶液,1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL 锌标准溶液,0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL 铅标准溶液以及 1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL 镉标准溶液。加水至体积约为 50 mL。

分别向每个分液漏斗中加入 2~3 滴溴酚蓝指示液,滴加氢氧化钠溶液直至蓝色不消失。摇匀后,逐滴加入盐酸溶液至蓝色刚好消失。加入 2 mL 盐酸溶液,此时 pH 值约为 2.3~2.5。加入 5.0 mL APDC 溶液,混合,有沉淀出现。加入 50.00 mL MIBK。剧烈振摇 2 min,沉淀消失。

将具塞分液漏斗置于暗处放置 1 h,弃去下层水相。用滤纸吸干分液漏斗中的残留液,将试样溶液和校准溶液的有机相收集至 50 mL 干燥具塞瓶中。镉必须立刻测定,其他金属可贮存几个小时。有机相应远离热源和光源。

### 8.2 空白溶液

以相同的步骤同时测定,使用与采样、螯合以及萃取相同量的所有试剂,以水代替试样萃取得到的有机相溶液。

### 8.3 测定

将原子吸收光谱仪调整至最佳工作状态,在各自的测定波长下(见表 1),以空白溶液调零,测量校准溶液有机相的吸光度。以校准溶液中的各金属离子含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线。测定试样溶液有机相的吸光度,从校准曲线中求得金属离子的含量。若样品中金属离子含量较低,可以采用多移取样品同时减少萃取剂 MIBK 的用量来进行测定。

表 1

待测元素	波长/nm
Ni	232.0
Cu	324.7
Zn	213.8
Pb	217.0
Cd	228.8

9 结果计算

金属离子的含量以质量浓度  $\rho$  计,数值以mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho=\rho_0 \frac{f \times 50}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\rho_0$ ——从金属离子校准曲线上查得的金属离子含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- $f$ ——酸化后试样体积(mL)与所取水样体积(mL)之比(见 7 采样);
- 50——萃取所用的 MIBK 体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V$ ——测定所取的试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

10 安全事项

参照 GB/T 15337—2008 中 9.2 条要求。

11 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,镍、铜、锌、镉、铅含量平行测定结果的绝对差值应满足表 2~表 6 的要求。

表 2

镍含量/(mg/L)	绝对差值/(mg/L)
Ni≤0.1	≤0.005
0.1<Ni≤1.0	≤0.01
1.0<Ni≤10.0	≤0.1

表 3

铜含量/(mg/L)	绝对差值/(mg/L)
Cu≤0.1	≤0.005
0.1<Cu≤1.0	≤0.01
1.0<Cu≤10.0	≤0.1

表 4

锌含量/(mg/L)	绝对差值/(mg/L)
Zn≤0.05	≤0.005
0.05<Zn≤0.5	≤0.01
0.5<Zn≤5.0	≤0.1

表 5

镉含量/(mg/L)	绝对差值/(mg/L)
Cd≤0.05	≤0.005
0.05<Cd≤0.5	≤0.01
0.5<Cd≤5.0	≤0.1

表 6

铅含量/(mg/L)	绝对差值/(mg/L)
Pb≤0.1	≤0.005
0.1<Pb≤1.0	≤0.01
1.0<Pb≤10.0	≤0.1