

中华人民共和国国家标准

水质 银的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB 11907—89

Water quality—Determination of silver—
Flame atomic absorption spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了测定废水中银的原子吸收分光光度法。
- 1.2 本标准适用于感光材料生产、胶片洗印、镀银、冶炼等行业排放废水及受银污染的地面水中银的测定。
- 1.3 本标准的最低检出浓度为 0.03 mg/L,测定上限为 5.0 mg/L。经稀释或浓缩测定范围可以扩展。
- 1.4 大量氯化物、溴化物、碘化物、硫代硫酸盐对银的测定有干扰,但试样经消解处理后,干扰可被消除。

2 原理

将消解处理后的试液吸入火焰,火焰类型为空气-乙炔,氧化型(蓝色)。在火焰中,银离子形成基态原子,对波长为 328.1 nm 的特征电磁辐射产生吸收。将测得试样的吸光度和标准溶液的吸光度相比较,确定试样中银的浓度。

3 试剂

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准或专业标准分析纯试剂,去离子水或同等纯度的水。

- 3.1 硝酸(HNO_3), $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ 。
- 3.2 高氯酸(HClO_4), $\rho=1.68 \text{ g/mL}$ 。
- 3.3 硫酸(H_2SO_4), $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 。
- 3.4 过氧化氢(H_2O_2), 30% (m/V)
- 3.5 硝酸溶液, 1+1。
- 3.6 银标准贮备液, 1 000 mg/L: 准确称取 0.1575 g 硝酸银(AgNO_3), 溶于适量水中, 加入 2 mL 硝酸溶液(3.5), 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于棕色细口瓶中, 4℃下存放。此溶液可保存半年。
- 3.7 银标准溶液, 50.0 mg/L: 准确吸取银标准贮备溶液(3.6) 10.00 mL, 置于 200 mL 棕色容量瓶中, 加入 4 mL 硝酸溶液(3.5), 用水稀释至标线。此溶液可稳定两周。

4 仪器

- 4.1 一般实验室仪器和以下仪器。
- 4.2 原子吸收分光光度计。
- 4.3 银空心阴极灯。

4.4 乙炔的供气装置。

4.5 空气压缩机,加除油、水及杂质装置。

5 采样及样品

采用聚乙烯瓶这类合适的容器贮存样品,用硝酸(3.1)将水样酸化至 pH1~2,并尽快分析。

感光材料的生产、胶片洗印及镀银等行业的废水,样品采集后不加酸,并立即进行分析。

含银水样应避免光照。

6 步骤

6.1 试料

取 50 mL 均匀样品置于 150 mL 烧杯中,如含银浓度大于 5 mg/L,可适量少取样品,加水至 50 mL。

6.2 测定

6.2.1 前处理:在试料(6.1)中,依次加入硝酸(3.1)10 mL,硫酸(3.3)1 mL,过氧化氢(3.4)1 mL,在电热板上蒸至冒白烟。冷却后,加入 2 mL 高氯酸(3.2),加盖表面皿,继续加热至冒白烟并蒸至近干,冷却后,加硝酸溶液(3.5)2 mL 溶解残渣,然后小心用水洗入 50 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀,备测。

6.2.2 测定:遵照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作条件,测定试液的吸光度。

6.2.3 空白试验:用水代替试料按步骤(6.2.1)做空白试验,并按步骤(6.2.2)进行测定。

6.3 校准曲线的绘制

在 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液(3.5)及银标准溶液(3.7),配制至少五个标准工作溶液,其浓度范围应包括试料中被测银的浓度,按(6.2.2)中的条件测其吸光度。

用减去空白的吸光度与相对应的银含量(mg/L)绘制校准曲线。

7 结果的表示

7.1 银含量 C (mg/L)按下式计算:

$$C = fC'$$

式中: C —— 试样中银的含量,mg/L;

C' —— 由校准曲线上查得的含银浓度,mg/L;

f —— 稀释比(定容体积比取样体积)。

7.2 银含量,用回归方程计算。

8 精密度和准确度

四个实验室分析用蒸馏水配制的含银 1 mg/L 的统一样品(样品加氨水和碘化氰(CNI)保存)。

8.1 重复性

重复性相对标准偏差为 1.2%。

8.2 再现性

再现性相对标准偏差为 2.6%。

8.3 准确度

相对误差为 +1.1%。

9 特殊情况的说明

9.1 试样在消解过程中不宜蒸干,否则银有损失。

9.2 当样品成分复杂,含有机质较多或有沉淀时,应用硝酸-高氯酸反复消解几次,直至溶液澄清为止。

9.3 有沉淀或悬浮物的样品,如胶片洗印废水等,应尽量取均匀试样制备试料。

9.4 即使用浓硝酸将样品酸化到 pH1~2,也不宜贮存,应尽快分析。不宜酸化的样品,如矿产、胶片洗印等行业废水,采样后,应立即分析。

附加说明:

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人刘京、魏复盛。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。