

HZ-HJ-SZ-0053

水质—银的测定—火焰原子吸收分光光度法

1 范围

- 1.1 本方法规定了测定废水中银的原子吸收分光光度法。
- 1.2 本方法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 本方法的最低检出浓度为 0.03mg/L，测定上限为 5.0mg/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 328.1nm 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(HNO₃)， $\rho = 1.42\text{g/mL}$ 。
- 3.2 高氯酸(HClO₄)， $\rho = 1.68\text{g/mL}$ 。
- 3.3 硫酸(H₂SO₄)， $\rho = 1.84\text{g/mL}$ 。
- 3.4 过氧化氢(H₂O₂)，30% (m/V)
- 3.5 硝酸溶液，1+1。
- 3.6 银标准贮备液，1000mg/L：准确称取 0.1575g 硝酸银(AgNO₃)，溶于适量水中，加入 2mL 硝酸溶液(3.5)，转入 100mL 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，50.0mg/L：准确吸取银标准贮备溶液(3.6)10.00mL，置于 200mL 棕色容量瓶中，加入 4mL 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 操作步骤

6.1 试料

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

6.2 测定

6.2.1 前处理：在试料(6.1)中，依次加入硝酸(3.1)10mL，硫酸(3.3)1mL，过氧化氢(3.4)1mL，

在电热板上蒸至冒白烟。冷却后，加入 2mL 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)2mL 溶解残渣，然后小心用水洗入 50mL 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 50mL 容量瓶中，加入 2mL 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校测银的浓度，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 结果计算

7.1 银含量 c (mg/L)按下式计算：

$$c=f \cdot c'$$

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 1mg/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，如感光材料的生产、胶片洗印等行业废水，采样后，应立即分析。

10 参考文献

GB11907-89。