



中华人民共和国国家标准

GB/T ××××-××××

代替 GB/T 11909-1989

水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法

Water quality – Determination of silver –

Spectrophotometric method with 3,5-Br₂-PADAP

(征求意见稿)

2008-××-××发布

2008-××-××实施

国家质量监督检验检疫总局

环 境 保 护 部

发布

目 次

前言.....	II
1 适用范围.....	1
2 方法原理.....	1
3 试剂和材料.....	1
4 仪器和设备.....	2
5 干扰及消除.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算.....	3
9 准确度和精密度.....	4

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水和废水中银的监测方法，制定本标准。

本标准规定了地表水、工业废水中银的分光光度测定法。

本标准首次发布于 1989 年，本次为第一次修订，本次修订的主要内容：
——增加了共存离子的干扰及消除。

自本标准实施之日起，《水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法》（GB/T 11909-1989）废止。

本标准为指导性标准。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站、辽宁省环境监测中心站。

本标准自 200□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法

1 适用范围

本标准规定了地表水、工业废水中银的 3,5-Br₂-PADAP 分光光度测定方法。

本标准适用于受银污染的地表水及感光材料生产、胶片洗印、镀银、冶炼等行业的工业废水中银的测定。

试份体积为 25mL，使用光程为 10mm 比色皿时，本方法最低检出浓度为 0.02mg/L，测定下限为 0.08 mg/L，测定上限为 1.0 mg/L。

2 方法原理

在 0.1%十二烷基硫酸钠存在下，于 pH 4.5~8.5 的乙酸盐缓冲介质中，银与 3,5-Br₂-PADAP 生成稳定的 1:2 紫红色络合物，其颜色深度与银的浓度成正比。络合物的最大吸收波长为 570nm；试剂的最大吸收波长为 470nm；摩尔吸光系数为 $7.6 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

3 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

3.1 硝酸 (HNO₃): $\rho=1.40\text{g/ml}$ 。

3.2 硫酸 (H₂SO₄): $\rho=1.84\text{g/mL}$ 。

3.3 高氯酸 (HClO₄): $\rho=1.68\text{g/mL}$ 。

3.4 过氧化氢 (H₂O₂): 30%。

3.5 硝酸 (HNO₃) 溶液, 1+1(v/v): 取适量硝酸 (3.1) 加入到等体积水中, 混匀。

3.6 硝酸 (HNO₃) 溶液, 1mol/L: 用硝酸 (3.1) 配制。

3.7 硫酸 (H₂SO₄) 溶液, 1+1(v/v): 取适量硫酸 (3.2) 加入到等体积水中, 混匀。

3.8 氢氧化钠 (NaOH) 溶液, 1mol/L: 称取 40g 氢氧化钠溶于水, 并稀释至 1L。

3.9 过氧化氢溶液, 3% (v/v): 取过氧化氢 (3.4) 10ml 用水稀释至 100mL。

3.10 Na₂-EDTA 溶液, 0.1mol/L: 将 37.24g Na₂-EDTA (C₁₀H₁₄N₂O₃Na₂·2H₂O) 溶于水中, 并稀释到 1000 mL。

3.11 柠檬酸钠溶液, 50g/L: 称取 50g 柠檬酸钠, 溶于水, 稀释至 1000 mL。

3.12 十二烷基硫酸钠（简称 sls）溶液，10g/L：称取 1g 十二烷基硫酸钠溶于 100 mL 水中。

3.13 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，pH 5：用 1mol/L 乙酸钠和 1mol/L 乙酸溶液在 pH 计指示下，适量混合至所需 pH 值。

3.14 3,5-Br₂-PADAP 乙醇溶液，0.3 g/L：溶解 0.03g 3,5-Br₂-PADAP 于 100mL 无水乙醇中。

3.15 银标准贮备液，1.00 mg/mL：准确称取 0.1575g 硝酸银（AgNO₃），于 10mL 硝酸溶液（3.6）中，溶解后转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释到标线，摇匀，保存于棕色瓶中。

3.16 银标准溶液，0.100mg/mL：将 10.00mL 银标准贮备液（3.15）转移至 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸溶液（3.5），用水稀释到标线，贮于棕色玻璃瓶中避光保存。

3.17 银标准使用液，5.0μg /mL：将 5.00mL 银标准溶液（3.16）转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释到标线，使用前配置。

3.18 甲基橙指示液，1g/L：将 0.1g 甲基橙（methyl orange）溶于水并稀释到 100mL。

4 仪器和设备

4.1 分光光度计：光程 10mm 的比色皿

4.2 pH 计。

4.3 容量瓶：100、1000 mL。

5 干扰及消除

加入掩蔽剂 0.1mol/L Na₂-EDTA 溶液 2mL，可掩蔽 Co²⁺、Bi³⁺各 50μg，Cr³⁺、Ba²⁺、Sr²⁺、各 100μg，Cd²⁺、Cu²⁺、Pb²⁺、Ni²⁺、Mn²⁺、VO₃⁻、Hg²⁺各 200μg，Fe²⁺ 400μg，Fe³⁺500μg，Al³⁺、Mg²⁺、K⁺、Na⁺、Ca²⁺各 1000μg 对测定 5.0μg Ag⁺的影响。Cl⁻、Br⁻、I⁻、S₂O₃²⁻、SCN⁻和 S²⁻产生负干扰，易在用强酸消解水样时被分解除去。

6 样品

6.1 采集与保存

测定银的水样，应用聚乙烯瓶收集和贮存，用浓硝酸将水样酸化到 pH 1~2，并尽快分析样品，采集的水样应避免光照。

6.2 试样的制备

除非证明试样的预处理是不必要的，可直接制备试样进行比色，否则应按如下步骤进行前处理。

取 25.0 mL 均匀试样于 100 mL 烧杯内（如银的浓度超过 1.0 mg/L 时，可适当少取，或用水稀释至适当浓度后，再分取）。于试料中，依次加入 5mL 硝酸（3.5），1mL 硫酸（3.2）和 6.5mL 过氧化氢溶液（3.9），加盖表面皿，在电热板上小心加热至沸，5~10min 后取下冷却，加入 1~2mL 高氯酸（3.3），在电热板上蒸发至近干。冷却后，加 1mL 硝酸溶液（3.6），以少许水冲洗杯壁，移至电热板上温热溶解盐类。然后，小心移入 25mL 容量瓶中。

7 分析步骤

7.1 校准曲线

7.1.1 于 8 个 25mL 容量瓶中，分别加入 0、0.50、1.00、2.00、2.50、3.00、4.00、5.00mL 银标准使用液（3.17），用少量水洗涤管壁。

7.1.2 于上述容量瓶中，加入 1mL 柠檬酸钠溶液(3.11)，滴加 1 滴甲基橙指示剂(3.18)，用氢氧化钠溶液(3.8)中和溶液由红变黄，依次加入 2mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.13)，2mL Na₂-EDTA 溶液(3.10)，2mL 十二烷基硫酸钠溶液(3.12)，2mL 3,5-Br₂-PADAP 乙醇溶液(3.14)（每加一种试剂后均需摇匀）。用水稀释至标线，摇匀。放置 20min 后，用 10mm 比色皿，以空白试验溶液为参比，于 554nm 波长处，测量吸光度。

7.1.3 同时，可用水为参比，测量试剂空白（零浓度）的吸光度。以减去试剂空白（零浓度）后的吸光度，对应的银含量（微克）绘制校准曲线。

7.2 样品测定

取适量经消解的水样（含 Ag⁺ < 35μg）置于 25mL 容量瓶中，用少量水洗涤管壁，以下按 7.1.2 步骤进行。从校准曲线上查出试料中的含银量或用回归方程进行计算。

8 结果计算

银含量 C（mg/L）按公式（1）计算：

$$C = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

M——由校准曲线查得或由回归方程计算得试料含银量，μg。

V——所取试样体积，mL。

C——水样含银浓度，mg/L。

9 精密度和准确度

五个实验室，分析用蒸馏水配制的含银 1.00mg/L 的统一样品（样品加氨水和碘化氰保存）。

9.1 重复性

重复性相对标准偏差为 1.60%。

9.2 再现性

再现性相对标准偏差为 1.75%。
