



# 中华人民共和国国家标准

GB/T ××××-××××

代替 GB/T 11908-1989

---

## 水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法

Water quality – Determination of silver –

Spectrophotometry with cation 2B

(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.....	4
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 镉试剂 2B 分光光度法》（GB/T 11908-1989）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 镉试剂 2B 分光光度法

## 1 适用范围

本标准规定了地表水、工业废水中银的镉试剂 2B 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

在曲力通 X-100 (Triton X-100) 存在下的四硼酸钠缓冲介质中，镉试剂 2B 与银离子生成稳定的络合比为 4:1 的紫红色络合物，该络合物至少可以稳定 24h，且颜色强度与银的浓度成正比，该络合物的最大吸收波长为 554nm；镉试剂 2B 是棕褐色的固体粉末，在弱酸或碱性介质中以分子形式存在，试剂为黄色，最大吸收波长为 445nm。

## 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和分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

3.1 硝酸 (HNO<sub>3</sub>): ρ=1.40g/ml。

3.2 硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>): ρ=1.84g/mL。

3.3 高氯酸 (HClO<sub>4</sub>): ρ=1.68g/mL。

3.4 过氧化氢 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>): 30%。

3.5 乙醇 (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH): 95%。

3.6 硝酸 (HNO<sub>3</sub>) 溶液, 1+1(v/v): 取 50ml 硝酸 (3.1) 加入到 50ml 水中, 混匀。

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

3.8 Na<sub>2</sub>-EDTA 溶液, 0.05mol/L: 将 1.86g Na<sub>2</sub>-EDTA (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>Na<sub>2</sub>•2H<sub>2</sub>O) 溶于水中, 并稀释到 100 mL。

3.9 四硼酸钠溶液, 50g/L: 将 10 g 四硼酸钠 (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>•10H<sub>2</sub>O) 溶于水中, 并稀释到 200 mL。

3.10 曲力通 X-100 溶液, 5% (v/v): 将 5mL 曲力通 X-100 [Triton X-100, (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>CCH<sub>2</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>OH<sub>n~10</sub>] 溶于 95mL 水中, 可加热使其溶解。

3.11 镉试剂 2B 乙醇溶液, 0.4 g/L: 溶解 0.080g 镉试剂 2B (4-硝基萘重氮氨基偶氮苯,  $O_2NC_{10}H_6N:NNHC_6H_4N:NC_6H_5$ ) 于 200mL 乙醇 (3.5) 中, 加入 2 滴氢氧化钠溶液 (3.7), 用 4 号砂芯漏斗过滤除去不溶物。

3.12 银标准贮备液, 1.00 mg/mL: 准确称取 0.1575g 硝酸银 ( $AgNO_3$ ), 溶于适量水中, 加入 2mL 硝酸溶液(3.6)。溶解后转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释到标线。贮于棕色玻璃瓶中避光保存, 至少可稳定一个月。

3.13 银标准溶液, 0.100mg/mL: 将 10.00mL 银标准贮备液(3.12)转移至 100mL 容量瓶中, 加入 2mL 硝酸溶液(3.6), 用水稀释到标线。贮于棕色玻璃瓶中避光保存。

3.14 银标准使用液, 4.0 $\mu$ g /mL: 将 20.00mL 银标准溶液(3.13)转移至 500mL 容量瓶中, 用水稀释到标线, 使用前配置。

3.15 甲基橙溶液, 0.1g/L: 将 0.010g 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: 50、100、500、1000mL。

## 5 干扰及消除

不加掩蔽剂 EDTA 时, 在此条件下,  $Na^+$ 、 $B_4O_7^{2-}$ 、 $PO_3^-$ 各 100mg,  $K^+$ 、 $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$ 、 $NH_4^+$ 、 $NO_3^-$ 、 $SO_4^{2-}$ 、 $PO_4^{3-}$ 、柠檬酸根各 10mg,  $As^{3+}$ 、 $WO_4^{2-}$ 、 $MoO_4^{2-}$ 、 $ClO_4^-$ 、 $BrO_3^-$ 、 $IO_3^-$ 、 $S_2O_8^{2-}$ 各 1.0 mg 以及  $Be^{2+}$ 、 $Cr^{6+}$ 、 $SeO_3^{2-}$ 、 $TeO_3^{2-}$ 、 $VO_3^-$ 各 0.1mg 不干扰 10 $\mu$ g  $Ag^+$  的测定, 少量的  $Cd^{2+}$ 、 $Hg^{2+}$ 、 $Zn^{2+}$ 、 $Ni^{2+}$ 、 $Cu^{2+}$ 等有正干扰, 但加入 0.05mol/L  $Na_2$ -EDTA 溶液 0.5ml, 至少可掩蔽  $Cd^{2+}$ 、 $Cu^{2+}$ 、 $Ni^{2+}$ 、 $Zn^{2+}$ 、 $Pb^{2+}$ 、 $Mn^{2+}$ 、 $Fe^{3+}$ 、 $Fe^{2+}$ 、 $La^{3+}$ 各 1.0mg 和  $Co^{2+}$ 、 $Hg^{2+}$ 、 $Al^{3+}$ 、 $Cr^{3+}$ 、 $Pd^{2+}$ 、 $Y^{3+}$ 各 100 $\mu$ g 对测定 10 $\mu$ g  $Ag^+$  的影响。

## 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。

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

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 0.8mg/L，可适当减少试样，用水稀释至 25mL。于试料中，依次加入 4mL 硝酸(3.1)，1mL 硫酸(3.2)和 0.5mL 过氧化氢(3.4)。在电热板上缓慢加热至冒白烟。取下冷却后，加入 1mL 高氯酸 (3.3)，加盖表面皿，继续加热至近干。冷却后，加 0.5mL 硝酸(3.6)，再用少许水冲洗杯壁，微热溶解残渣。然后，小心洗入 25mL 容量瓶中，溶液体积不宜超过 15mL。

有沉淀或悬浮物的试样，如感光材料洗印废水等，应尽量取均匀试样制备试料。

样品复杂，含有机物质较多，或有沉淀等可多加硝酸反复消解，较清洁样品加硝酸和高氯酸一次消解即可。在消解过程中，不宜蒸干。否则，银有损失。

即使用浓硝酸将水样酸化到 pH 1~2，也不宜贮存，应尽快分析。特别是洗印废水，样品采集后，应不加酸，立即制备试料进行分析。

## 7 分析步骤

### 7.1 校准曲线

7.1.1 于 7 个 25mL 容量瓶中，分别加入 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 银标准溶液 (3.14)。

7.1.2 于上述容量瓶中，加入 0.5 mL  $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  溶液(3.8)，滴加 1 滴甲基橙指示剂(3.15)，用氢氧化钠溶液(3.7)调至指示剂刚好变黄。依次加入 2mL 四硼酸钠溶液(3.9)，1.0mL 曲力通 X-100 溶液(3.10)和 1.5mL 镉试剂 2B 乙醇溶液(3.11)。用水稀释至标线，摇匀。放置 10min 后，用 10mm 比色皿，以试剂空白（零浓度）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

准确吸取 1~15mL 试份(视水中银含量而定)置于 25mL 容量瓶中，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的试料含银量,  $\mu\text{g}$ 。

V——所取试样体积, mL。

## 9 精密度和准确度

四个实验室, 分析用蒸馏水配置的含银 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 2.2%。

### 9.2 再现性

再现性相对标准偏差为 4.0%。

### 9.3 准确度

相对误差为-0.2%。