

ICS 13.030.01

CCS Z 04

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

高盐废水中铜、镍、铅、锌、镉含量测定
电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of copper, nickel, lead, zinc and cadmium content in high salt waste water
—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国废弃化学品处置标准化技术委员会（SAC/TC 294）归口。

本文件起草单位：深圳市环保科技集团股份有限公司、揭阳市斯瑞尔环境科技有限公司、成都产品质量检验研究院有限责任公司、深圳准诺检测有限公司、蓝保(厦门)水处理科技有限公司、深圳市华保科技有限公司、四川精标检测技术有限公司、龙佰集团股份有限公司、华东师范大学、江西核工业环境保护中心、山东晟基新材料科技有限公司、河南心连心化肥检测有限公司、无棣德信化工有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、金华水知音检测有限公司、天津海关动植物与食品检测中心、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：程龙军、吴少聪、吴宇、熊小萍、陈荔英、古远辉、刘锋、陈晓丽、何岩、谢冬香、王朋勃、朱止利、王森林、施蓉、陈慧婷、肖亚兵、彭娟、李铭、李明、刘晓鸽、高广海、王传斌、王海娟、马海峰、廖春华、安晓英、丁灵。

高盐废水中铜、镍、铅、锌、镉含量测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本文件规定了高盐废水中铜、镍、铅、锌、镉含量测定电感耦合等离子体发射光谱法的一般规定、测定方法。

本文件适用于高盐废水中铜、镍、铅、锌、镉含量的测定。方法测定下限：铜（Cu）0.1 mg/L，镍（Ni）0.01 mg/L，铅（Pb）0.02 mg/L，锌（Zn）0.05 mg/L，镉（Cd）0.005 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 5814—2020 废弃化学品 锌含量测定方法

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 493 水质 样品的保存和管理技术规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

高盐废水 high salt waste water

无机盐类（以溶解性总固体TDS计）含量大于1.0%的工业废水（液）或处理后的工业废水。

4 一般规定

4.1 本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中的二级水。

4.2 试验所用到的玻璃容器洗净后应置于盛有硝酸溶液（1+1）的具盖容器中浸泡 12 h，再依次用自来水和二级水冲洗干净，置于洁净的环境中晾干后使用。

5 测定方法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

5.1 原理

试样经消解后，用亚氨基二乙酸型螯合树脂固相萃取吸附试样中的待测金属元素，洗脱后与高盐基体分离，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定金属元素含量。

5.2 样品采集与保存

按照 HJ 91.1 的规定进行高盐废水样品的采集。收集所需体积不少于 250 mL，置于洁净聚乙烯瓶中，按照每 100 mL 废水样品加 1 mL 硝酸（见 5.3.1）后尽快分析，按照 HJ 493 的要求进行样品保存。

5.3 试剂或材料

5.3.1 硝酸。

5.3.2 硝酸溶液：5+95。

5.3.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈6.5。称取 164.0 g 乙酸钠（CH₃COONa），加水溶解，用乙酸调节 pH 约为 6.5，定容至 1000 mL。

5.3.4 乙酸铵溶液：0.5 mol/L。

5.3.5 混合标准溶液：1 mL 溶液分别含铜（Cu）、镍（Ni）、铅（Pb）、锌（Zn）、镉（Cd）0.01 mg。选用有证系列国家标准物质的混合溶液或单标溶液（1000 μg/mL）准确稀释。该溶液现用现配。

5.3.6 亚氨基二乙酸型螯合树脂：粒度 0.074 mm~0.147 mm。

5.4 仪器设备

5.4.1 电热板。

5.4.2 重金属固相萃取仪。

5.4.3 固相萃取柱：有效长度不小于 4.0 cm，内径为（1±0.1）cm，示意图见附录 A。

5.4.4 蠕动泵：流量可控制调节范围为 1.0 mL/min~10.0 mL/min。

5.4.5 电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.5 试验步骤

5.5.1 样品处理

移取 25.00 mL 高盐废水试样（V）置于 100 mL 高脚烧杯中，加盖表面皿，置于电热板上加热消解。加热微沸至 10 mL~15 mL 后，加 10 mL 硝酸继续加热微沸 5 min 至溶液澄清透明，赶酸至湿盐状（赶

酸过程可加少量水重复 3 次~5 次), 冷却后用乙酸-乙酸钠缓冲溶液溶解后全部转移至容量瓶中(定容体积 V_1 为 25 mL 或根据试样中盐类物质含量的高低进行调整), 用乙酸-乙酸钠缓冲溶液定容至刻度, 摇匀。定容后溶液 pH 不小于 5.0。

注: 如上述方法消解不完全, 可按照 HG/T 5814—2020 中附录 A 进行试样消解。

5.5.2 试验溶液制备

5.5.2.1 固相萃取柱装填

将亚氨基二乙酸型螯合树脂约 1.3 g~1.8 g 提前用水浸泡, 用水漂洗后除去过细颗粒后装填至固相萃取柱中, 树脂装填高度为 (3.0 ± 0.5) cm, 固相萃取柱上部留有不少于 0.5 cm 的空隙。将固相萃取柱安装至重金属固相萃取仪中, 启动萃取仪, 用水洗涤至出水接近中性。也可将固相萃取柱固定在架台上并连接蠕动泵用水洗涤至出水接近中性。

5.5.2.2 净化洗涤

先用水充满固相萃取柱, 排出柱中空气后用 15 mL 硝酸溶液, 以 5 mL/min 流速流经固相萃取柱, 再用适量乙酸铵溶液洗涤至流出液 pH 约为 6.5 (用 pH 精密试纸检测)。

5.5.2.3 萃取

准确移取适量处理后的溶液 (V_2) (见 5.5.1), 以 1 mL/min~3 mL/min 的流速流过固相萃取柱, 再依次以 5 mL 乙酸铵溶液(流速 1 mL/min~3 mL/min) 和 10 mL 水洗涤萃取柱, 弃去流出液分离盐分。用约 20 mL 硝酸溶液, 以 5 mL/min 的流速通过固相萃取柱后收集于 25 mL 容量瓶中, 以硝酸溶液定容 (V_3), 此为试验溶液, 摇匀后待测。

注: 进入萃取工序的试验溶液量根据待测元素的含量需要浓缩或稀释进行调整。

5.5.2.4 再生

固相萃取柱用乙酸铵溶液洗涤至流出液 pH 约为 6.5。

5.5.3 试验

5.5.3.1 工作曲线绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL 混合标准溶液分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液定容至刻度, 摇匀。调整电感耦合等离子体发射光谱仪至最佳工作条件, 进行测定, 分析谱线波长见附录 B。分别以标准溶液中待测元素的质量浓度 (mg/L) 为横坐标, 对应待测元素的发射强度值为纵坐标, 分别绘制工作曲线。

5.5.3.2 测定

试验溶液按照工作曲线绘制条件用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素发射强度值, 若测试光谱强度超出工作曲线范围, 则应对试样溶液进行适当稀释, 并保持酸度与稀释前一致。在工作曲线上分别查出试验溶液中待测元素的质量浓度。

同时同样做空白试验, 空白试验溶液除不加试样外, 其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

5.6 试验数据处理

待测元素铜（Cu）、镍（Ni）、铅（Pb）、锌（Zn）、镉（Cd）的含量以待测元素的质量浓度 ρ 计，以毫克每升（mg/L）表示，按公式（1）计算。

$$\rho = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V_3 \times 10^{-3}}{(V_2/V_1) \times V \times 10^{-3}} \times k \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_i ——从工作曲线上查出的试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V_3 ——试验溶液定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2 ——萃取工序移取的处理后溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——样品处理后溶液定容体积的数值，单位为毫升（mL）；

V ——移取的高盐废水的体积的数值，单位为毫升（mL）；

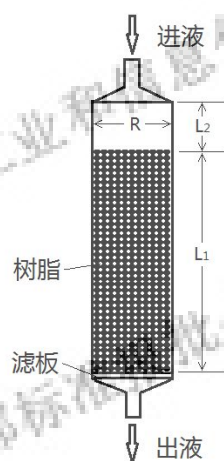
k ——试验溶液的稀释倍数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值与算术平均值之比不大于20%。

附录 A
(资料性)

固相萃取柱示意图

固相萃取柱示意图见图A.1。



L_1	L_2	R
树脂装填高度为 (3.0 ± 0.5) cm	有效长度不少于0.5 cm	内径: (1.0 ± 0.1) cm

图A.1 固相萃取柱示意图

附录 B
(资料性)

参考仪器工作条件

使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素（铜、镍、铅、锌、镉）含量的分析谱线波长见表 B.1。

表 B.1 分析谱线波长

元素名称	波长 (nm)
Cu	324.754、327.396
Ni	231.604
Pb	220.353
Zn	202.548、206.200
Cd	214.439