



中华人民共和国国家标准

GB/T 15555.2—1995

GB/T 15555.2—1995

GB/T 15555.2—1995

附录 A 注意事项 (参考件)

A1 当测定某个试料的吸光度较大时,要先吸入 MIBK 冲洗原子化系统并调整仪器的零点,将试料用 MIBK 适当稀释后再进行测定。一般每测定 10 个试样后就要校正仪器的零点,并用一个中间浓度的标准溶液萃取液检查仪器的灵敏度的稳定情况。

A2 应使用细内径的毛细吸管向火焰中吸入 MIBK,并应将乙炔流量适当调小,以保证吸入 MIBK 后火焰状态不变。

A3 萃取时应避免日光直射并远离热源。

A4 KI 往往空白较高,需要进行提纯处理,其手续如下:

在配制好的 KI 溶液中加入等体积的 HCl(10.3)摇匀后用 MIBK 萃取两次,弃去 MIBK, KI 溶液待用。提纯后的 KI 溶液的浓度稀释了一倍,宜注意。

附录 B (补充件)

KI-MIBK 体系选择性好,能与 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 同时被萃取的还有 $\text{As}(\text{III})$ 、 Bi^{3+} 、 Hg^{2+} 、 In^{3+} 、 $\text{Te}(\text{III})$ 、 Sn^{2+} 、 $\text{Sb}(\text{III})$ 、 $\text{Sb}(\text{V})$ 、 Ag^+ 等,而这些离子在一般废物浸出液中含量不高,不会影响 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 的萃取,即使同时萃取进入 MIBK 相,也不会对测定产生影响。K、Na、Ca、Mg、Fe、Al 等常量元素不被萃取,能有效地消除这些基体成分的干扰。

注:浸出液的制备方法,参见 GB/T 15555.1—1995《固体废物 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法》中的附录 B。

固体废物 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法

Solid waste—Determination of copper, zinc, lead, cadmium—
Atomic absorption spectrometry

附加说明:

本标准由国家环保局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人齐文启、刘京。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。



GB/T 15555.2—1995

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-24592

定价: 8.00 元

1995-03-28 发布

1996-01-01 实施

国家环境保护局
国家技术监督局

发布

表 4 标准系列配制和浓度

| 混合标准溶液体积, mL | 0 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 3.00 | 4.00 |
|--------------------------|---|------|------|------|------|------|
| Pb 标准系列含量, μg | 0 | 1.00 | 2.00 | 4.00 | 6.00 | 8.00 |
| Cd 标准系列含量, μg | 0 | 0.25 | 0.50 | 1.00 | 1.50 | 2.00 |

在编号的 50 mL 具塞比色管中,分别加入(12.3.1)的工作标准溶液 10 mL。在另外的比色管中分别加入适量浸出液(例如 5~20 mL,视其 Pb、Cd 的含量而定)。以及相应的空白试样。

12.3.2 萃取:在上述每支比色管中分别加入抗坏血酸(10.4)2.0 mL, HCl(10.2)0.5 mL, KI 溶液(10.7)2.5 mL,定容至 50 mL,加塞摇匀。准确加入 5 mL 水饱和的甲基异丁基甲酮(10.8),振摇 1 min,打开塞子放气后再将塞子盖好,静置分层。

12.3.3 测定:根据最佳条件调节火焰,吸入 MIBK 后调节好仪器零点。顺次序吸入空白、工作标准系列和试样空白和试剂 MIBK(12.3.2)萃取相,测定吸光度。

用测得的吸光度值扣除空白后与相对应的浓度绘制校准曲线,并利用校准曲线查出试样中铅、镉的浓度。

13 结果的表示

浸出液中(Pb、Cd)浓度 c (mg/L)按下式计算:

$$c(\text{mg/L}) = c_1 \times \frac{V_0}{V} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c_1 —— 被测试料中铅、镉的浓度, mg/L;

V_0 —— 制样时定容体积, mL;

V —— 试料的体积, mL。

14 精密度和准确度

两个实验室测定含铅 0.03~0.06 mg/L、含镉 0.004~0.02 mg/L 的固体废物浸出液中镉和铅,其相对标准偏差($n=8$)分别为 2.8%~4.0%和 1.6%~2.3%,铅加标 0.05 mg/L,镉加标 0.005 mg/L 时的回收率分别为 94.0%~104%和 98.4%~102%。

中华人民共和国
国家标准
固体废物 铜、锌、铅、镉的测定

原子吸收分光光度法

GB/T 15555.2—1995

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 12 千字

1995 年 11 月第一版 2005 年 8 月第二次印刷

*

书号: 155066·1-24592 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

0.1 mol/L时, MIBK 对于 Pb、Cd 的萃取率分别在 99.4% 和 99.3% 以上。将 MIBK 相吸入火焰, 进行原子吸收法测定。

10 试剂

除非另有说明, 均使用符合国家标准或专业标准的试剂, 去离子水或同等纯度的水。

10.1 盐酸(HCl), 优级纯。

10.2 盐酸 1+1, 用(10.1)配制。

10.3 盐酸 0.2%, 用(10.1)配制。

10.4 抗坏血酸($C_6H_8O_6$), 优级纯, 10% 水溶液。

10.5 铅、镉标准贮备溶液: 1.000 mg/L:

分别称取 1.000 0 g 光谱纯金属铅、镉。用 20 mL 盐酸(10.2)溶解后, 水定容至 1 000 mL。此溶液每毫升分别含 1.00 mg 铅、镉。

10.6 铅、镉混合标准溶液: 铅 2.0 μ g/L, 镉 0.5 μ g/L:

用铅、镉的标准贮备溶液(10.5)和盐酸溶液(10.3)逐级稀释配制而成。

10.7 碘化钾 2 mol/L: 称取 33.2 g 优级纯碘化钾溶于 100 mL 纯水中。

10.8 甲基异丁基甲酮(MIBK, $C_6H_{11}O$)水饱和溶液:

在分液漏斗中放入甲基异丁基甲酮和等体积的水, 振摇 1 min, 静置分层(约 3 min)后弃去水相, 上层的有机相待用。

11 仪器

11.1 原子吸收分光光度计。

11.2 铅、镉空心阴极灯。

11.3 乙炔钢瓶或乙炔发生器。

11.4 空气压缩机, 应有除水、除油和除尘装置。

11.5 仪器参数: 根据仪器说明书要求自己选择测试条件。一般仪器的使用条件如表 3 所示。

表 3 一般仪器使用的条件

| 元 素 | 铅 | 镉 |
|-------------|--------------|-------|
| 测定波长, nm | 283.3 | 228.8 |
| 通带宽度, nm | 2.0 | 1.3 |
| 火焰性质 | 贫燃 | 贫燃 |
| 其他可选择谱线, nm | 217.0, 261.4 | 326.1 |

12 步骤

12.1 样品保存: 浸出液如不能很快进行分析, 应加浓硝酸(3.1)酸化至 1% 下保存, 时间不要超过一周。

12.2 空白试验: 用水代替样品, 采用和样品相同的步骤和试剂, 在测定试料的同时测定空白值。

12.3 校准

12.3.1 参考下表在 50 mL 容量瓶中, 用 HCl 溶液(10.3)将混合标准溶液(10.6)配制成至少 5 个工作标准溶液, 其浓度范围应包括固体废物提取液中铅、镉的浓度。

中华人民共和国国家标准

固体废物 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法

GB/T 15555.2—1995

Solid waste—Determination of copper, zinc, lead, cadmium—
Atomic absorption spectrometry

本标准包括两个方法: 直接吸入火焰原子吸收法, KI-MIBK 萃取火焰原子吸收法。

第一篇 直接吸入火焰原子吸收法

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了测定固体废物浸出液中铜、锌、铅、镉的直接吸入火焰原子吸收分光光度法。

1.2 本标准方法适用于固体废物浸出液中铜、铅、锌和镉的测定。

1.2.1 测定范围

| 元素 | 测定范围, mg/L |
|----|------------|
| Cu | 0.08~4.0 |
| Zn | 0.05~1.0 |
| Pb | 0.30~10 |
| Cd | 0.03~1.0 |

1.2.2 干扰

当钙的浓度高于 1 000 mg/L 时, 抑制镉的吸收; 钙浓度为 2 000 mg/L 时, 信号抑制达 19%。铁的含量超过 100 mg/L 时, 抑制锌的吸收。当样品中含盐量很高、分析谱线波长又低于 350 nm 时, 出现非特征吸收, 如高浓度钙产生的背景吸收使铅的测定结果偏高。硫酸对铜、锌、铅的测定有影响, 一般不能超过 2%。故一般多使用盐酸或硝酸介质。

2 原理

将试液直接喷入火焰, 在空气-乙炔火焰中, 铜、锌、铅、镉的化合物解离为基态原子, 并对空心阴极灯的特征辐射谱线产生选择性吸收。在给定条件下, 测定铜、锌、铅、镉的吸光度。

3 试剂

除非另有说明, 均使用符合国家标准或专业标准的试剂, 去离子水或同等纯度的水。

3.1 硝酸(HNO_3), $\rho=1.42$ g/mL, 优级纯。

3.2 硝酸(1+1), 用(3.1)配制。

3.3 硝酸(0.2%), 用(3.1)配制。

3.4 硝酸(0.4%), 用(3.1)配制。

3.5 金属标准贮备液, 1.000 g/L。

国家环境保护局 1995-03-28 批准
国家技术监督局

1996-01-01 实施