

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 wastewater  
—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(征求意见稿)

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/TC294）归口。

本文件起草单位：深圳市环保科技集团有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：。

# 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。方法检测下限铜（Cu）0.1 mg/L，镍（Ni）0.005 mg/L，铅（Pb）0.005 mg/L，锌（Zn）0.1 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

HJ 91.1 污水监测技术规范

## 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 wastewater**

无机盐类含量大于1.0 %的工业废水或处理后的工业废水。

## 4 一般规定

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。

## 5 测定方法

**警告：**使用本文件的人员应有正规实验室工作经验。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，再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 100 mL，置于洁净聚乙烯瓶中，并尽快分析。如不能及时分析则每 100 mL 废水样品加 1 mL 硝酸（见 5.3.1）后保存，保存时间不超过 5 天。

## 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，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 铜、镍、铅、锌、镉标准溶液：1 mL 溶液分别含铜、镍、铅、锌、镉（Cu、Ni、Pb、Zn、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。

5.3.6 亚氨基二乙酸型螯合树脂：Chelex100，0.147 mm~0.074 mm。

## 5.4 仪器设备

5.4.1 电热板。

5.4.2 重金属固相萃取仪：配固相萃取柱。

5.4.3 固相萃取柱：有效长度不小于 4 cm，内径为（1±0.1）cm。

5.4.4 蠕动泵：泵速可控制调节范围为 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 mL 高盐废水试样置于 250 mL 高脚烧杯中，电热板上加热微沸至 10 mL~15 mL，溶液澄清后，加 10 mL 硝酸后继续加热微沸 5 min 至溶液澄清透明后，赶酸至近干，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，用乙酸-乙酸钠缓冲溶液定容至刻度，摇匀。定容体积为 25 mL 或根据试样中盐类物质含量的高低进行调整。

### 5.5.2 试验溶液制备

#### 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 用水浸泡，漂洗至中性后除去过细颗粒用注射器装

填至固相萃取柱中，树脂装填高度为 $(3.0 \pm 0.5)$  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或固定于架台上，调整设备或蠕动泵至工作状态。

## 2) 净化洗涤

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

## 3) 萃取

将 5.5.1 中处理后的溶液 10 mL，以 1 mL/min~5 mL/min 的流速流过固相萃取柱，再依次以乙酸铵溶液和水洗涤萃取柱，分离盐分。最后用约 10 mL~15 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，此为试验溶液，摇匀后待测。

## 4) 再生

固相萃取柱用乙酸铵溶液洗涤至流出液 pH 值 6.5 左右。

### 5.5.3 测定

#### 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 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，分析谱线波长和工作条件参见附录 A。以标准溶液的质量浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) 为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 2) 试验测定

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。在工作曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度。

#### 3) 空白试验

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  $\rho_i$  计，以毫克每升 (mg/L) 表示，按公式 (1) 计算。

$$\rho_i = \frac{(c_i - c_0) \times V_1 \times 10^{-3}}{V \times 10^{-3}} \times k \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$c_i$ ——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，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$c_0$ ——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，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V_1$ ——试验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不大于算术平均值的10 %。

附 录 A  
(资料性)  
参考仪器工作条件

### A.1 分析谱线参考波长

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 A1。

表 A1 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

### A.2 仪器参考工作参数

使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素含量的仪器工作条件见表 A2。

表 A2 仪器工作参数

项目	参数
功率	1400 W
雾化气流量	0.7 L/min
辅助气流量	0.2 L/min
等离子气流量	15.0 L/min
蠕动泵流速	1.5 mL/min
观测模式	水平（轴向）
峰处理方式	峰面积积分
自动积分	2 s~10 s
读数延迟	20 s
冲洗时间	10 s
重复次数	2 次