

# 中华人民共和国城镇建设行业标准

## 城市污水 铜、锌、铅、镉、锰、 镍、铁的测定 原子吸收光谱法

CJ/T 65—1999

Municipal sewage—Determination of copper,  
zinc, lead, cadmium, manganese, nickel and  
iron—Atomic absorption spectrometry

### 第一篇 直接法

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用原子吸收光谱法中的直接法测定城市污水中的铜、锌、铅、镉、锰、镍、铁。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中的铜、锌、铅、镉、锰、镍、铁金属的测定。

##### 1.1 测定范围

测定的浓度范围与仪器的特性有关,表1列出一般仪器的测定范围。

表1

元 素	铜	锌	铅	镉	锰	镍	铁
波长(nm)	324.7	213.9	283.3	228.8	279.5	232.0	248.3
浓度范围(mg/L)	0.05~5.0	0.05~1.0	0.2~10.0	0.05~1.0	0.03~3.0	0.1~1.0	0.3~10

##### 1.2 干扰

火焰原子吸收法直接测定样品中铜、锌、铅、镉、锰、镍、铁时,通常干扰不太严重,但当碱金属、碱土金属的盐类太高时,会影响测定的准确度,应注意基体干扰并进行背景校正。

#### 2 方法原理

样品吸入火焰后被测元素成基态原子,对特征谱线产生吸收,在一定条件下,特征谱线的强度变化,与被测元素的浓度成正比。将被测样品吸光度与标准溶液吸光度相比较即可计算出其浓度。

#### 3 试剂和材料

除另有规定外,均用分析纯试剂及去离子水。

3.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ ,  $\rho=1.40\text{ g/mL}$ ),优级纯。

3.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ ,  $\rho=1.40\text{ g/mL}$ )。

3.3 高氯酸( $\text{HClO}_4$ ,  $\rho=1.67\text{ g/mL}$ ),优级纯。

高氯酸系易爆物品,应严格遵守爆炸物品的有关安全规定。

3.4 50%(V/V)硝酸溶液

将硝酸(3.1)与等体积水混合。

3.5 0.2%(V/V)硝酸溶液

将2 mL 硝酸(3.1)缓慢加入到1 000 mL 水中。

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

### 3.6 50%(V/V)硝酸溶液

将硝酸(3.2)与等体积水混合。

### 3.7 金属贮备液:1 000 mg/L

分别称取  $1.000 \pm 0.001$  g 光谱纯金属铜、锌、镉、镍、铁或称取相当量的金属氧化物(光谱纯),各用硝酸(3.4)溶解完全后,并分别转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

### 3.8 金属标准溶液

用硝酸溶液(3.5),稀释金属贮备溶液(3.7)配制,此溶液中铜、锌、铅、镉、锰、镍、铁,其浓度分别为 50.00、10.00、100.00、10.00、30.00、50.00、50.00 mg/L。

3.9 乙炔:由乙炔钢瓶供给,纯度以能获得浅蓝色的贫然火焰为合格。

3.10 空气:由空气压缩机供给。使用时应过滤,以除去水、油、灰尘等杂质。

## 4 仪器

原子吸收分光光度计,测定元素的相应空心阴极灯。

所用玻璃器皿,均用硝酸溶液(3.6)浸泡后,用水洗净。

## 5 样品

用聚乙烯瓶采集样品,采样瓶使用前经洗涤剂洗涤,用硝酸溶液(3.6)浸泡,再用水洗清,采样后立即用硝酸(3.1)酸化至 pH 小于 2。

## 6 分析步骤

### 6.1 空白试验

取与试料等量的硝酸溶液(3.5),按 6.2 操作。

### 6.2 测定

#### 6.2.1 消解

取摇匀实验室样品 100 mL 作为试料,移入 250 mL 高型烧杯中,加入 5.0 mL 硝酸(3.1),在电热板上缓慢加热,浓缩至 10 mL 左右取下,沿杯壁加入 10 mL 硝酸(3.1)和 4 mL 高氯酸(3.3),如样品污染不严重时,可用少量过氧化氢代替高氯酸,继续加热消解至溶液清澈后,用少量水淋洗杯壁,加热煮沸,驱尽氯气及氮氧化物。然后用热水溶解,滤入 100 mL 容量瓶中,定容待测。

#### 6.2.2 仪器操作

仪器操作严格按制造厂提供的操作手册进行,按表 2 所列参数,选择测定条件。

表 2 测定条件

元 素	铜	锌	铅	镉	锰	镍	铁
波长(nm)	324.7	213.9	283.3	228.3	279.5	232.0	248.3
灯电流(mA)	6	8	8	8	8	7	8
火焰类型	贫 燃	贫 燃	贫 燃	贫 燃	贫 燃	贫 燃	贫 燃

#### 6.2.3 吸光度测量

仪器用硝酸溶液(3.5)调零,待仪器的零点稳定后,依次将工作溶液(6.3),空白试验(6.1)和已消解溶液(6.2.1)喷入火焰,记录吸光度,将试料的吸光度扣除空白试验吸光度,在工作曲线上(6.3)查出被测元素的含量。

### 6.3 工作曲线绘制

参照表 3,在 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(3.5)稀释金属标准溶液(3.8),配制 4 个以上浓度的工作溶液,使其浓度范围包括试料中被测金属的浓度。

表 3 工作溶液

金属标准溶液(3.8)	工作溶液浓度(mg/L)						
加入体积(mL)	铜	锌	铅	镉	锰	镍	铁
0.50	0.25	0.05	0.50	0.05	0.15	0.25	0.25
1.00	0.50	0.10	1.00	0.10	0.30	0.50	0.50
3.00	1.50	0.30	3.00	0.30	0.90	1.50	1.50
5.00	2.50	0.50	5.00	0.50	1.50	2.50	2.50
10.00	5.00	1.00	10.00	1.00	3.00	5.00	5.00

仪器用硝酸溶液(3.5)调零,吸入工作溶液测得吸光度,绘制吸光度对金属含量的工作曲线。(与6.2.3同时进行)。

## 7 分析结果的表述

金属浓度,  $c$ (mg/L)按下式计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{V}$$

式中:  $m$ ——工作曲线上查得的金属含量,mg;

$V$ ——试料体积,mL。

## 8 精密度

对16个实验室统一分发质量控制样品,用直接法测定所得结果列于表4。

表 4 质量控制样品直接法测得的精密度

金 属	铜	锌	铅	镉	镍
样品浓度(mg/L)	25.0	100.00	30.00	0.400	50.0
标准偏差	2.28	3.47	2.54	0.039	2.80
相对标准偏差(%)	9.12	3.51	8.61	9.38	1.98

## 第二篇 螯合萃取法

## 9 主题内容与适用范围

本标准规定了用原子吸收光谱法中的螯合萃取法测定城市污水中的铜、锌、铅、镉。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中的铜、锌、铅、镉的测定。

浓度测定范围与仪器的特征有关,表5列出了一般仪器的定量范围。

表 5

元 素	定 量 范 围 (mg/L)	元 素	定 量 范 围 (mg/L)
铜	0.001~0.05	铅	0.01~0.2
锌	0.001~0.05	镉	0.001~0.05

## 10 方法原理

吡咯烷二硫代氨基甲酸铵在pH为3.0时,与被测金属离子螯合后萃入甲基异丁基甲酮中,然后将有机相吸入火焰进行原子吸收光谱测定。

## 11 试剂

除另有规定外,均用分析纯试剂及去离子水。

### 11.1 甲基异丁基甲酮( $C_6H_{12}O$ )。

### 11.2 2%( $m/V$ )吡咯烷二硫代氨基甲酸铵( $C_5H_{12}N_2S_2$ )溶液

称取 2.0 g 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵,于 100 mL 水中溶解,过滤后加入等体积的甲基异丁基甲酮,在分液漏斗中振摇 30 s,分层后放出水相备用,弃去有机相。

### 11.3 水饱和甲基异丁基甲酮

在分液漏斗中,将一份甲基异丁基甲酮和一份水混和,振摇 30 s 弃去水相、有机相备用。

### 11.4 10%( $m/V$ )氢氧化钠溶液

称取 10 g 氢氧化钠( $NaOH$ ,优级纯),溶解于 100 mL 水中。

### 11.5 2%( $V/V$ )盐酸溶液

量取 2 mL 盐酸(优级纯),溶解于 100 mL 水中。

### 11.6 金属标准溶液

用硝酸溶液(3.5)稀释金属贮备溶液(3.7)配制。此溶液中含铜、锌、铅、镉,其浓度分别为 0.500、0.500、2.00、0.500 mg/L。

## 12 仪器

同 4。

## 13 样品

同 5。

## 14 分析步骤

### 14.1 空白试验

取与试料等量的硝酸溶液(3.5),按 14.2 操作。

### 14.2 测定

#### 14.2.1 消解

同 6.2.1。

#### 14.2.2 螯合萃取

试料消解后用氢氧化钠(11.4)和盐酸溶液(11.5)调节 pH 至 3.0 加 5 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液(11.2),摇匀,加入 10 mL 甲基异丁基甲酮(11.1),剧烈振摇 30 s,静止分层,收集有机相。

#### 14.2.3 仪器调节

仪器严格按照制造厂提供的手册操作,按表 2 所列参数,选择测定条件,将水饱和甲基异丁基甲酮(11.3),吸入火焰。调节仪器零点,并调节火焰状态为浅蓝色。

#### 14.2.4 吸光度测量

在仪器零点稳定的情况下,依次将空白试验(14.1),工作曲线系列(14.3)和试料(14.2.2)喷入火焰,记录各自的吸光度。将试料吸光度扣除空白试验吸光度后,在工作曲线上查出测定元素的含量。

### 14.3 工作曲线绘制

至少选择 4 个以上工作溶液和一个空白溶液,使其浓度范围包括试料中的被测金属浓度,参照表 6,吸取一定量的金属标准溶液(11.6),用硝酸溶液(3.5)定容至 100 mL。空白溶液为 100.0 mL 硝酸溶液(3.5)。按(14.2.2)步骤操作,测得吸光度,绘制吸光度对金属含量的工作曲线。

表 6

金属标准溶液加入体积(mL)	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0
铜(mg/L)	0.25	0.50	1.00	2.50	5.00
锌(mg/L)	0.25	0.50	1.00	2.50	5.00
铅(mg/L)	1.00	2.00	4.00	10.0	20.0
镉(mg/L)	0.25	0.50	1.00	2.50	5.00

## 15 分析结果的表述

同 7。

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人张开富。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。