



中华人民共和国国家标准

GB/T 38596—2020

催化剂生产废水中重金属含量的测定

Determination method of heavy metal contents in the wastewater during
catalyst production

2020-03-31 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位：南京汇文新材料科技发展有限公司、山东省产品质量检验研究院、山东清博生态材料综合利用有限公司、吴华化工科技集团股份有限公司、中石化南京化工研究院有限公司、东莞市惟思德科技发展有限公司、盐城市计量测试所。

本标准主要起草人：邹惠玲、邱爱玲、夏攀登、贺承国、姜天凯、石天宝、赵伟、谢应强、章文福、谈格。



原创力文档

max.book118.com

预览与源文档一致, 下载高清无水印

催化剂生产废水中重金属含量的测定

警示——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了催化剂生产废水中重金属含量的测定方法。

本标准适用于催化剂生产废水中铜(Cu)、铅(Pb)、铋(Bi)、锑(Sb)、钴(Co)、镍(Ni)元素总量及溶解态含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 一般规定

本标准所用试剂在没有注明其他要求时,电感耦合等离子体发射光谱法采用优级纯试剂、火焰原子吸收光谱法采用分析纯试剂;所用水在没有注明其他要求时,指 GB/T 6682 中规定的二级水。试验中所用的杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4 试剂或材料

4.1 硝酸。

4.2 高氯酸。

4.3 硝酸溶液:1+1。

4.4 硝酸溶液:1+99。

4.5 铜标准溶液:1 g/L。称取 1 g(精确到 0.000 1 g)金属铜(光谱纯),用 30 mL 硝酸溶液(4.3)加热溶解,冷却后用水定容至 1 L。

4.6 铅标准溶液:1 g/L。称取 1 g(精确到 0.000 1 g)金属铅(光谱纯),用 30 mL 硝酸溶液(4.3)加热溶解,冷却后用水定容至 1 L。

4.7 铋标准溶液:1 g/L。称取 1 g(精确到 0.000 1 g)金属铋(光谱纯),用 50 mL 硝酸溶液(4.3)加热溶解,待完全溶解后冷却至室温,用水定容至 1 L。

4.8 锑标准溶液:1 g/L。称取 1 g(精确到 0.000 1 g)金属锑(光谱纯),用 20 mL~30 mL 硫酸溶液(1+1)加热溶解,用硫酸溶液(1+4)定容至 1 L。

4.9 钴标准溶液:1 g/L。称取1 g(精确到0.000 1 g)金属钴(光谱纯),用50 mL硝酸溶液(4.3)加热溶解,冷却后用水定容至1 L。

4.10 镍标准溶液:1 g/L。称取1 g(精确到0.000 1 g)金属镍(光谱纯),用30 mL硝酸溶液(4.3)加热溶解,冷却后用水定容至1 L。

4.11 铜、铅、铋、锑、钴、镍混合标准溶液:铜、铅、铋、锑、钴、镍均为100 mg/L。分别量取10.00 mL铜标准溶液(4.5)、铅标准溶液(4.6)、铋标准溶液(4.7)、锑标准溶液(4.8)、钴标准溶液(4.9)、镍标准溶液(4.10)置于100 mL容量瓶中,加入4 mL硝酸溶液(4.3),用水定容至100 mL,摇匀。

4.12 铜、铅、镍混合标准溶液:铜、铅、镍均为100 mg/L。根据需要分别量取10.00 mL铜标准溶液(4.5)、铅标准溶液(4.6)、镍标准溶液(4.10)的一种或几种置于100 mL容量瓶中,加入5 mL硝酸溶液(4.3),用水定容至100 mL,摇匀。

5 样品

5.1 用聚乙烯瓶采集样品。采样瓶先用洗涤剂洗净,再在硝酸溶液(4.3)中浸泡,使用前用水冲洗干净。

5.2 分析元素总量的样品,采集后立即加适量硝酸,使硝酸体积分数达到1%。量取10.00 mL酸化后的样品于100 mL烧杯中,加入5.0 mL硝酸溶液(4.3)并加盖表面皿。置于电热板上,在近沸状态下将样品蒸发近干。冷却后重复上述操作一次,必要时再加入硝酸或高氯酸,直到溶解完全。蒸至近干后,取下冷却。加水溶解残渣,若有不溶沉淀应通过定量滤纸过滤,转移至100 mL容量瓶中,加硝酸溶液(4.4)定容,摇匀,待测。

5.3 分析溶解态元素含量的样品时,样品采集后立即通过0.45 μm滤膜过滤,得到的滤液立即加适量硝酸,使硝酸含量达到1%。量取10.00 mL酸化后的样品于100 mL容量瓶中,用硝酸溶液(4.4)定容至100 mL,摇匀,待测。

6 铜、铅、铋、锑、钴、镍含量的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法

6.1 原理

将经过滤或消解的样品,注入电感耦合等离子体发射光谱仪,由载气带入等离子体,被激发的原子和离子发射出原子谱线和离子谱线,以元素特征谱线的强度测定其含量。

6.2 仪器设备

6.2.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

6.2.2 可调试电热板。

6.3 试验步骤

6.3.1 工作曲线的绘制

取六只100 mL容量瓶,分别加入铜、铅、铋、锑、钴、镍混合标准溶液(4.11)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,用硝酸溶液(4.4)定容至100 mL,摇匀。按仪器最优工作条件,用高纯氩气等离子体火炬,于推荐波长324.75 nm(铜)、220.35 nm(铅)、223.06 nm(铋)、206.83 nm(锑)、228.62 nm(钴)、231.60 nm(镍)处测定溶液的分析线信号强度。以上述溶液中待测元素的质量浓度(mg/L)为横坐标,待测元素的分析线的信号强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

6.3.2 测定

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,与测定标准溶液系列相同的条件下,分别测定样品溶液(5.2、5.3)和空白溶液(取与样品相同体积的水按 5.2、5.3 的规定制备空白溶液)的分析线信号强度,从工作曲线上查出相应质量浓度。样品测定过程中,若样品中待测元素质量浓度超出工作曲线范围,样品需稀释后重新测定。

6.4 试验数据处理

待测元素总量或溶解态质量浓度 ρ ,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——样品溶液中待测元素总量或溶解态的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——空白溶液中待测元素总量或溶解态的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

V ——分取体积,单位为毫升(mL)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值,应不大于算术平均值的 10%。

6.5 检出限

各种元素检出限见表 1。

表 1 元素检出限

单位为毫克每升

| 序 号 | 元 素 | 检 出 限 |
|-----|-----|-------|
| 1 | 铜 | 0.04 |
| 2 | 铅 | 0.08 |
| 3 | 铋 | 0.04 |
| 4 | 锑 | 0.20 |
| 5 | 钴 | 0.02 |
| 6 | 镍 | 0.02 |

7 铜、铅、镍含量的测定——火焰原子吸收光谱法

7.1 原理

将经过滤或消解的样品,导入原子吸收光谱仪的空气-乙炔火焰中,测量每个待测元素的吸光度,并与对应元素工作曲线的吸光度比较定量。

7.2 仪器设备

7.2.1 原子吸收光谱仪:配火焰原子化器,附铜、铅、镍空心阴极灯。

7.2.2 可调试电热板。

7.3 试验步骤

7.3.1 工作曲线的绘制

取六只 100 mL 容量瓶,分别加入铜、铅、镍混合标准溶液(4.12)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,用硝酸溶液(4.4)定容至 100 mL,摇匀。在原子吸收光谱仪上,按仪器最优工作条件,以不加标准溶液的空白溶液调零,按质量浓度由低到高的顺序,分别于推荐波长 324.8 nm、217.0 nm、232.0 nm 处测量铜、铅、镍的吸光度。分别以上述溶液中铜、铅、镍的质量浓度(mg/L)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

7.3.2 测定

在原子吸收光谱仪上,与测定标准溶液系列相同的条件下,分别测定样品溶液(5.2、5.3)和空白溶液(取与样品相同体积的水按 5.2、5.3 的规定制备空白溶液)的吸光度,从工作曲线上查出相应质量浓度。样品测定过程中,若样品中待测元素质量浓度超出工作曲线范围,样品需稀释后重新测定。

7.4 试验数据处理

待测元素总量或溶解态质量浓度 ρ_2 ,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(2)计算:

$$\rho_2 = \frac{(\rho_3 - \rho_4) \times V_2}{V_3} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_3 ——样品溶液中待测元素总量或溶解态的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_4 ——空白溶液中待测元素总量或溶解态的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_2 ——样品定容体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——分取体积,单位为毫升(mL)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值,应不大于算术平均值的 10%。

7.5 检出限

各种元素检出限见表 2。

表 2 元素检出限

单位为毫克每升

| 序号 | 元素 | 检出限 |
|----|----|------|
| 1 | 铜 | 0.05 |
| 2 | 铅 | 0.05 |
| 3 | 镍 | 0.05 |