

水质 银的测定
镉试剂 2B 分光光度法

编制说明

(征求意见稿)

中国环境监测总站

2008年3月

一、任务来源

2006 年国家质检总局（国质检财函[2006]909 号）和 2007 年国家质检总局（国质检财函[2007]971 号）下达了《水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法》国家环保标准制修订计划，项目统一编号为 1179，任务承担单位为中国环境监测总站。

二、编制目的和意义

由于镉试剂 2B 分光光度法测定银具有较好的选择性和灵敏度，并且仪器设备简单，早已被推荐为测定银的标准方法。但随着新型紫外可见分光光度计的使用，该方法的灵敏度、选择性和干扰问题均需加以研究，本次标准制修订的主要内容为共存离子的干扰及消除。

三、编制原则和依据

3.1 基本原则

本标准的编制原则是考虑国内现有监测机构的监测能力和实际情况，确保方法标准的科学性、先进性、可行性和可操作性。

3.2 编制依据

经过大量的文献检索，发现国内水质银的测定主要采用原子吸收光谱法。但因分光光度法具有设备简单，操作方便、灵敏度高等优点，仍被应用于水和废水中银的测定分析。主要以原标准《水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法》（GB 11908-89）作为编制依据，在原有标准基础上进行改进，增加共存离子干扰及消除内容，同时对标准文字部分进行调整修订，达到进一步规范和完善该标准方法的目标。

3.3 技术路线

本课题是对原有方法的改进，针对《水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法》（GB11908-89）中共存离子的影响进行研究，加以补充相关内容。

四、国内外有关标准现状

目前国内外研究测定各种物质中银含量的方法很多，主要有：原子吸收分光光度法、3,5-Br₂-PADAP法、镉试剂2B分光光度法、直接吸入火焰原子吸收法、双硫脲—甲基异丁酮（MIBK）萃取火焰原子吸收法、石墨炉原子吸收法等。主要测定水质中的银的方法见表1。

表1 主要测定水质中的银的方法一览表

方法	适用水质	检出限 (适用浓度范围) 注①	备注
镉试剂 2B 分光光度法	感光材料生产和洗印、镀银、冶炼等行业排放废水和受银污染的地面水	0.01~0.8mg/L	GB 11908-89
火焰原子吸收分光光度法	感光材料生产、胶片洗印、镀银、冶炼等行业排放废水及受银污染的地面水	0.03~5.0mg/L	GB 11907-89
3,5-Br ₂ -PADAP 法	感光材料生产、胶片洗印、镀银、冶炼等行业排放废水及受银污染的地面水	0.02~1.0mg/L	GB 11909-89
双硫脲—甲基异丁酮（MIBK）萃取火焰原子吸收法	地下水、清洁地表水	0.6~200μg/L	
银-邻二氮菲-二溴荧光素光度法测定银的含量	相纸、废定影液和废水	0~50mg/L	
离心—光度法	定影液	9~56μmol/L	
催化动力学光度法	矿样和废水样	0.05~2.0mg/L	
浊点萃取—石墨炉原子吸收法	饮用水和地表水	0.04~15.0μg/L	
铅涂覆石墨管—无火焰原子吸收法	饮用水和地表水	2.8×10 ⁻¹² g	
火焰原子吸收光谱共沉淀法	生活饮用水及水源水	0.2mg/L~2.0mg/L	
活性炭富集火焰原子吸收法	天然水	0.1μg/L	
ICP-AES法	天然水	0.1-1ng/L	

注①：适用浓度范围与仪器的特性有关，表中所列一般为仪器的适用浓度范围。

自从原子吸收光谱法用于低含量银的测定后，光度法测定银的研究和应用大大减少。但是，光度法适合我国国情，且设备简单、灵敏度高、易操作。所以，

近年来仍有研究和应用。1996~2000年间国内光度法测定银主要有吸光光度法、催化光度法、荧光光度法、化学发光法。

吸光光度法：在适宜的介质中，银络离子与显色剂生成有色络合物，于一定波长下测定其吸光度。近年来研究和应用的显色剂有：二硫脲、硫代米蚩酮、金试剂。

催化光度法：银的催化光度法近年来研究和应用较为普遍。催化光度法灵敏度很高，可测定痕量和超痕量银。

荧光光度法：荧光光度法测定银具有较高的灵敏度，选择性也好，有很好的应用前景。目前研究和应用的主要是荧光熄灭法和催化荧光法。

化学发光法：化学发光法在我国经过了多年的研究及应用，已成为分析方法中一种独立的分析技术，有关专题评述已有报道。由于化学发光法有灵敏度高、线性范围宽、仪器结构简单及操作方便等优点，已成为有效的痕量和超痕量分析技术。用它可测定“pg”量的银，化学发光分析法是测定痕量银的新发展方向，便于测定的自动化、程序化和连续化。该法虽然优点很多，但是在实际应用中选择性较差，特别是对复杂样品分析。

分析清洁水样可选用萃取或离子交换浓缩火焰原子吸收分光光度法，也可选用石墨炉原子吸收法，但萃取法或离子交换法前处理过程繁琐复杂，容易带入污染。石墨炉原子吸收法简单方便，目前仪器已普及推广。火焰原子吸收分光光度法测定地表水和污水中的银，具有操作简便，快速灵敏的优点，大量氯化物、溴化物、碘化物、硫代硫酸盐对银的测定有干扰，但试样经消解处理后，干扰可被消除。

ICP-AES法、ICP-AES法仪器比较昂贵，可能会妨碍普及应用。