DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0064.1～0064.80—93

地下水质检验方法

1993-02-27发布　　1993-10-01实施

中华人民共和国地质矿产部　发布

中华人民共和国地质矿产行业标准

地下水质检验方法 催化极谱法测定铜

DZ/T 0064.19—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了催化极谱法测定铜的方法。

本标准适用于地下水中铜的测定。最低检测量为 0.1μg，测量范围为 0.001～2.0mg/L。

地下水中一般常见元素不干扰测定，但锡及大于 0.1mg 的砷、铋、钼对测定产生正干扰，可加入氨基乙酸予以抑制(大量的砷可经样品浓缩加热分解，或使其氧化为五价砷，而不干扰测定。若锡量过高，在样品加热处理时，加入氢溴酸使其挥发)。向溶液中加入抗坏血酸后，可将三价铁和四价钛还原成低价而不干扰测定。一般地下水中这些离子的浓度，均达不到干扰的程度，可不予考虑。

有机质干扰严重，所有样品均需消化处理。

2 方法提要

在硫酸介质中，铜与硫氰酸钾生成〔$Cu(CNS)^{2-}$〕电活性络合物，吸附于滴汞阴极表面，产生一个灵敏度较高的络合吸附波，峰电位在－0.45V(对 SCE)处。

3 仪器

3.1 极谱仪。

3.2 三电极(滴汞、饱和甘汞、铂丝)。

4 试剂

4.1 高氯酸($HClO_4$)，ρ=1.67g/mL，优级纯。

4.2 硝酸(HNO_3)，ρ=1.42g/mL，优级纯。

4.3 硫酸溶液(1+1)。

4.4 抗坏血酸溶液(100g/L)，现用现配。

4.5 氨基乙酸溶液(100g/L)。

4.6 硫氰酸钾溶液(10g/L)。

4.7 铜标准贮备溶液：称取金属铜(光谱纯)1.000 0g，置于 100mL 烧杯中，加硝酸溶液(1+1)10mL 溶解，蒸干并赶尽硝酸，再加盐酸溶液(1+1)5mL 溶解干涸物。然后以亚沸蒸馏水定容至 1 000mL。该溶液 1mL 含 1.0mg 铜。

4.8 铜标准溶液：移取铜标准贮备溶液(4.7)以亚沸蒸馏水逐级稀释至 1mL 含 1.0μg 铜。

5 分析步骤

5.1 样品分析

5.1.1 移取 pH≤2 的硝酸酸化水样 100.0mL 于 150mL 烧杯中，加高氯酸(4.1)3 滴及硝酸(4.2)数

中华人民共和国地质矿产部1993-02-27批准　　1993-10-01实施

滴，在低温电热板上加热蒸发至小体积，以少量亚沸蒸馏水吹洗杯壁，继续加热冒烟至尽。取下稍冷，加硫酸溶液(4.3)2.5mL，再加热溶解，然后移入 10mL 比色管中。

5.1.2 加抗坏血酸溶液(4.4)0.5mL，氨基乙酸溶液(4.5)0.5mL，硫氰酸钾溶液(4.6)1mL，用亚沸蒸馏水定容至 10mL(每加一种试剂均需摇匀)。将溶液倒入 10mL 电解池中，插入三电极(3.2)，于起始电位－0.30V 处，进行阴极化导数部分扫描，记录峰电流值。

5.2 空白试验

移取 100.0mL 亚沸蒸馏水代替试样，按 5.1 步骤进行。

5.3 标准曲线的绘制

准确移取铜标准(4.8)0、0.10、……5.00μg 于一系列 10mL 比色管中，加硫酸溶液(4.3)2.5mL，以下步骤按 5.1 进行。以铜浓度对峰电流值绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

依下式计算铜的质量浓度：

$$Cu(mg/L)=\frac{m}{V}$$

式中：m——从标准曲线上查得的铜量，μg；

V——取水样体积，mL。

7 精密度和准确度

同一实验室测定铜离子含量为 0.087mg/L 的水样 12 次，其标准偏差为 0.005，相对标准偏差为 5.75%。回收率为 90%～114%。

附 录 A
标准的有关说明
（参考件）

A1 在本方法中，温度对测定影响较大，波高随温度的增高而增高。当溶液温度高于 30℃时，波高又开始下降。测量时较适宜的温度为 20～30℃。最好有恒温设备，保持测定时的温度一致。

附加说明：

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由地质矿产部辽宁省中心实验室负责起草。

本标准主要起草人王裕宣、彭仕宣。