

**制定《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》行业标准编制说明  
(征求意见稿)**

## **一、工作简况**

### **1 任务来源**

根据国家工业和信息化部文件“工业和信息化部办公厅关于印发 2020 年第三批行业标准制修订和外文版项目计划的通知 工信厅科函〔2020〕263 号”要求，全国废弃化学品处置标准化技术委员会将于 2021 年底完成《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》行业标准的制定工作，计划编号：2020-1428T-HG，本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会归口。

### **2 主要工作过程**

全国废弃化学品处置标准化技术委员会接到上级部门下达的制定《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》行业标准计划后，首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向相关质检单位发函，广泛征求对制定标准工作的意见，在此基础上提出了文献小结。

2021 年 2 月 3 日在通过网络会议召开了制定该行业标准工作方案会，会后标准起草小组提出了工作方案及工作进度，通过对国内外相关标准的分析，并综合国内相关单位的实际分析应用经验，2021 年 5 月底提出标准征求意见稿草案和编制说明，公开征求意见，意见及回复见《标准意见汇总处理表》。

### **3 主要参与单位**

主要起草单位有：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等。

## **二、标准编制原则、解决的主要问题和主要内容的论据**

### **1 编制原则**

- 1) 积极采用国际和国外先进标准的原则；
- 2) 有利于促进技术进步，提高检验质量的原则；
- 3) 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4) 符合用户的需要，保护消费者利益、促进资源综合利用的原则；
- 5) 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

### **2 主要解决的问题**

高盐废水从环保生化处理角度，是指盐分含量高于 1.0%的废水，其中的阳离子除待测元素外主要是  $K^+$ 、 $Na^+$ 、 $Ca^{2+}$ 、 $Mg^{2+}$ 、 $NH_4^+$ 等，阴离子主要是  $Cl^-$ 、 $SO_4^{2-}$ 、 $NO_3^-$ 等。

随着工业的发展，印染、造纸、化工、炼油、海水利用等工业领域产生的高盐废水越来越多，成分越来越复杂，浓度也越来越高。如石油天然气开发钻井液中氯离子含量高达 3000~20000 mg/L，盐含量高达几十万毫克升；纯碱行业高盐废水中氯离子浓度高达 100 g/L；

通过甘氨酸法生产草甘膦的过程中产生的废水盐含量（NaCl）高达 15%。高盐废水若处理不当，会直接导致地表水、地下水和土壤受到污染，破坏生态环境，尤其是废水中的重金属元素对环境污染非常严重。

目前水和废水中金属元素检测的方法主要有光度法、阳极溶出伏安法、光谱法（包括原子吸收法、ICP 法、ICP-MS 法）等。其中，光度法需要单个元素检测，操作比较复杂；电化学方法需要用到汞电极；高盐基体对光谱法存在严重的基体背景干扰，高盐基体样品易堵塞光谱法仪器的进样系统管路，降低待测元素灵敏度，缩短相关仪器零部件（如 ICP-OES 或 ICP-MS 的雾化器、等子体炬管、锥等）的使用寿命等。

现有各检测方法对高盐废水中金属元素尤其是低浓度含量的测定存在一定的局限，所以很有必要建立新的检测标准对现有的标准方法进行补充。拟定标准采用树脂作为重金属离子吸附剂，应用固相萃取技术和 ICP 设备对元素进行分析，针对盐含量达 1.0%以上的废水中金属元素（Cu、Pb、Zn、Ni、Cd）同时测定。该方法具有良好的分析应用效果。标准制定将解决目前国内工业废水处理实际应用中高盐废液、水处理后达标排放的 Cu、Pb、Zn、Ni、Cd 重金属元素检测难题。

### 3 标准主要内容及依据

#### 3.1 适用范围

本方法规定了固相萃取-ICP 法测定高盐废水中铜、镍、铅、锌、镉的方法。

本方法适用于高盐废水中以上各重金属元素的测定。经过试验验证，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。

#### 3.2 方法原理

高盐废水经加硝酸消解后赶酸至近干，或经过其他方式消解，用乙酸钠缓冲溶液转移并定容，在合适的 pH、流速等条件下用亚氨基二乙酸型螯合树脂固相萃取柱吸附废水中的待测重金属元素，再用硝酸溶液洗脱并定容，达到待测元素与高盐基体分离的目的，再用 ICP 检测重金属元素含量。

#### 3.3 试验方法

##### （1）消解方式

消解主要针对高盐废水中的有机物等进行消解，减少试验中的干扰。试验中提供电热板消解方式，企业可以根据自身情况选取。

##### （2）试验条件筛选

固相萃取条件优化用 NaCl 溶液作为高盐基体进行实验条件筛选，考察的因素有吸附 pH、洗脱酸度、流速等。在优化条件下再考察其他混合高盐溶液的加标回收结果。

##### ①吸附 pH 的优化

《出口高盐食品中镉的测定 石墨炉原子吸收法》（SNT4887-2017）和《出口高盐食品中铅的测定 石墨炉原子吸收法》（SNT4888-2017）中提到亚氨基二乙酸型螯合树脂（100 目~200 目）柱在 pH 4~7 范围内可以有效吸附溶液中的镉离子和铅离子。《地下水水质检验方法 螯合树脂交换富集火焰原子吸收光谱法测定铜、铅、锌、镉、镍和钴》DZ/T 0064.20-1993 中提出 pH 5~6 范围树脂交换平衡速度最快。

取7份乙酸钠溶液(2mol/L,含Cl<sup>-</sup>10%)用硝酸溶液调节pH,固定固相萃取流速1mL/min,洗脱硝酸浓度5%,加标量0.1mg/L。不同pH条件下固相萃取加标回收率结果见表1。图1为不同吸附pH对固相萃取效果的影响,从图中可以看出:1)Ni、Cu、Zn、Cd、Pb、Co在吸附pH5~7范围内加标回收率达95%以上;2)Mn的加标回收率随pH增大而增大,当吸附pH6~7范围内加标回收率达90%以上;3)其余元素在吸附pH0.88~6.76范围内加标回收率均比较差。所以确定最佳吸附pH范围为6~7,在该吸附pH下Ni、Cu、Zn、Cd、Pb的加标回收均能达90%以上。

表 1 不同吸附 pH 下加标回收率汇总表

pH	加标回收率%											
	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ag	Cd	Tl	Pb
0.88	84.5	45.0	7.7	105.0	41.6	71.4	98.0	29.0	2.8	10.5	34.5	13.6
1.56	82.1	57.4	14.8	102.9	61.3	97.9	93.0	43.0	2.4	13.0	27.9	21.1
2.94	79.1	75.6	36.4	101.2	86.8	103.5	92.9	54.7	2.2	19.9	21.2	41.8
3.93	76.9	56.9	63.2	91.8	92.8	105.0	97.2	87.7	1.9	49.2	14.6	79.7
4.86	77.1	1.7	86.9	70.5	96.1	104.8	101.9	101.2	2.0	95.1	13.6	97.1
5.86	68.1	-2.0	93.6	73.8	96.5	105.8	100.0	98.8	1.1	97.8	27.9	101.8
6.76	67.4	-1.2	95.2	64.4	96.9	105.3	97.7	98.3	1.5	99.6	34.5	102.6

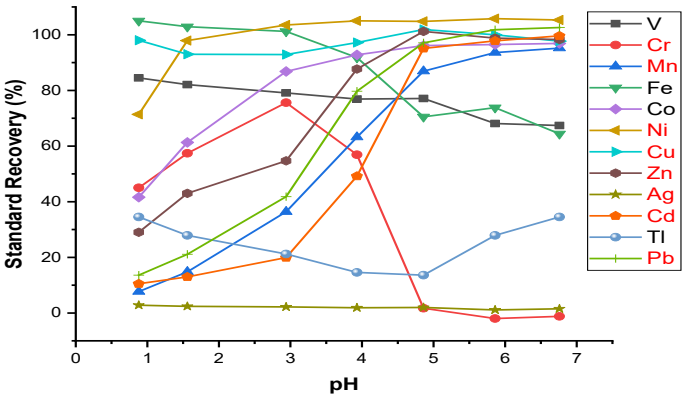


图 1 不同吸附 pH 对固相萃取效果的影响

②洗脱硝酸溶液浓度的优化

用乙酸钠缓冲溶液配制氯含量10%的氯化钠溶液,调节pH约6.5,加标量0.1mg/L。固定固相萃取流速1mL/min,用不同浓度的硝酸洗脱,测定各洗脱液的浓度见表2。图2为洗脱硝酸溶液浓度对固相萃取效果的影响,从图中可以看出:除了Tl和Cr以外,当洗脱硝酸浓度达5%及以上时其他元素的浓度变化不大,所以确定洗脱硝酸的浓度为5%。

表 2 不同洗脱硝酸浓度下加标回收率汇总表

洗脱硝酸浓度%	各元素测定浓度 (mg/L)											
	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ag	Cd	Tl	Pb
1	0.058	-0.031	0.087	0.023	0.087	0.102	0.085	0.086	0.087	0.092	0.010	0.086
2	0.080	-0.025	0.095	0.055	0.094	0.115	0.110	0.107	0.091	0.100	0.008	0.094
3	0.083	-0.018	0.097	0.063	0.096	0.117	0.099	0.112	0.094	0.103	0.007	0.101
5	0.080	-0.003	0.097	0.067	0.095	0.121	0.103	0.110	0.094	0.101	0.012	0.108

10	0.083	0.028	0.100	0.073	0.099	0.114	0.102	0.102	0.098	0.103	0.007	0.106
----	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

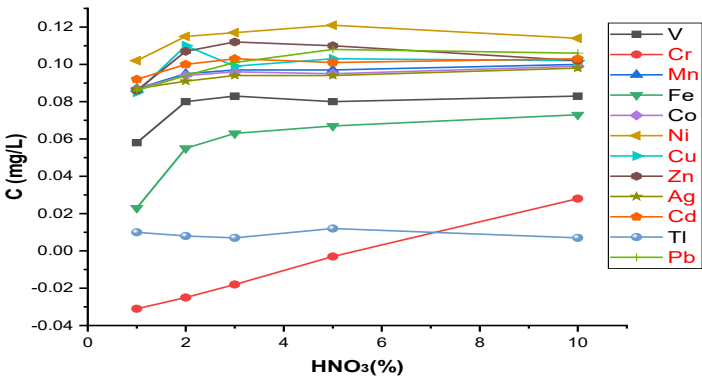


图 2 洗脱硝酸溶液浓度对固相萃取效果的影响

③固相萃取流速的优化

用乙酸钠缓冲溶液配制氯含量 10%的氯化钠溶液，调节 pH 约 6.5，加标量 0.1mg/L。固定洗脱硝酸浓度为 5%，考察不同流速下加标回收率情况，计算结果见表 3。图 3 流速对固相萃取加标回收率的影响，从图中可以看出：除 Cr、Ag 和 Tl 外，其他元素的加标回收率随流速的增大而降低。确定固相萃取流速为 1mL/min，该条件下 Mn、Co、Ni、Cu、Zn、Cd 和 Pb 的固相萃取加标回收率可达 95%以上。

表 3 不同流速下固相萃取加标回收率汇总表

流速 (ml/min)	各元素加标回收率（%）											
	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ag	Cd	Tl	Pb
1	85.2	5.3	101.9	87.4	101.3	104.1	98.3	101.3	3.0	102.6	0.9	97.7
2	80.2	4.4	98.0	64.5	97.3	90.7	93.8	93.8	2.4	96.5	0.4	90.7
5	67.2	4.7	88.3	56.6	91.8	87.0	91.0	90.8	2.4	82.7	0.8	81.1

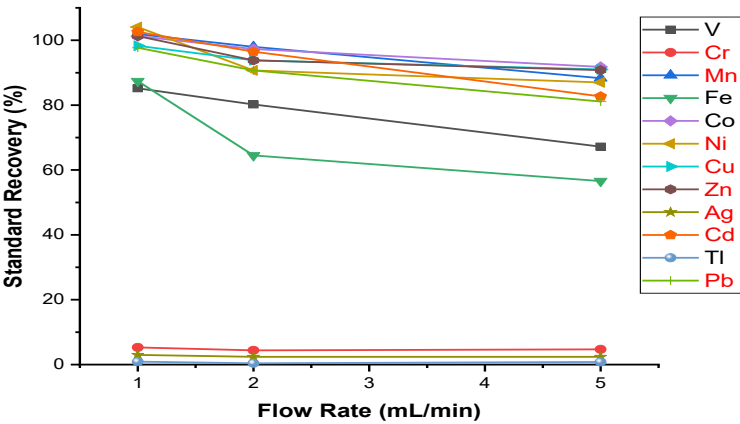


图 3 流速对固相萃取加标回收率的影响

④优化条件下加标回收试验

在优化条件下(吸附 pH6~7，固相萃取流速 1mL/min，洗脱硝酸浓度 5%)分别测定 NaCl 、NH4Cl 和混合体系的固相萃取加标回收率，加标量 0.1mg/L，计算结果见表 4。从表中可以

看出 Ni、Cu、Zn、Cd 和 Pb 元素的加标回收率可达 95%以上。

表 4 优化条件下三体系加标回收率结果

体系	适用元素加标回收率（%）				
	Ni	Cu	Zn	Cd	Pb
NaCl	104.1	98.3	101.3	102.6	97.7
NH <sub>4</sub> Cl	106.6	105.4	98.0	102.6	97.2
1：1 混合	102.6	102.3	97.4	101.6	97.1

（3）优化条件汇总

固相萃取的优化条件见表 5，对于不同的蠕动泵或泵管可测定其不同转速对应的流速，再根据需要的流速设置转速和时间。

表 5 固相萃取优化条件汇总

序号	步骤	体积（mL）	流速（mL/min）	转速（rpm）	时间（s）
1	5%硝酸洗	10	5	8	600
2	乙酸铵溶液洗	5	5	37	60
3	样品（pH6~7）萃取	10	1	8	600
4	乙酸铵溶液洗	5	1	8	150
			5	37	30
5	水洗	10	5	37	120

三、主要试验情况分析

用重金属固相萃取仪配置固相萃取柱按表 5 条件进行固相萃取实验。计算各体系不同含量溶液的固相萃取加标回收率。用乙酸钠缓冲溶液配制含氯 0%,2%,5%,10%的 NaCl 溶液，调节 pH6.5，加标量 0.1mg/L。用重金属固相萃取仪配置固相萃取柱和自制柱分别按表 5 步骤进行固相萃取实验。计算不同盐含量溶液的固相萃取加标回收率，结果见表 6。从表中可以看出萃取 Mn、Co、Ni、Cu、Zn、Cd 和 Pb 的加标回收率可达 80%以上，其余元素加标回收比较差。

表 6 重金属固相萃取仪配置固相萃取柱三体系加标回收率汇总表

体系	Cl（%）	各元素加标回收率（%）												
		V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ag	Cd	Hg	Tl	Pb
空白	0	67.1	5.5	92.2	48.2	92.0	89.3	90.3	95.5	84.2	94.0	42.5	0.5	93.1
NaCl	2	68.3	6.0	80.2	48.9	92.9	95.6	94.0	108.3	3.5	94.4	19.4	0.1	86.9
	5	67.9	0.8	82.3	46.1	94.4	96.6	93.4	109.5	1.7	89.2	11.6	0.1	87.0
	10	65.0	1.1	79.0	40.9	92.4	94.8	91.9	106.9	1.0	88.1	10.0	0.1	74.9
NH <sub>4</sub> Cl	2	65.0	2.7	86.0	46.9	92.4	98.3	93.5	96.3	3.2	94.2	21.8	0.2	90.0
	5	66.2	2.8	89.0	44.2	93.2	94.7	94.9	99.5	1.5	90.0	11.1	0.1	89.1
	10	66.5	3.2	98.2	46.5	95.0	99.9	98.1	97.0	1.0	82.0	8.2	0.1	87.9
NaCl： NH <sub>4</sub> Cl 1:1（mol）	2	67.5	3.2	82.5	43.1	96.1	92.5	95.9	97.1	3.3	93.7	20.6	0.1	89.0
	5	67.7	3.3	83.6	42.7	94.8	93.4	95.7	100.2	1.8	89.0	11.8	0.1	85.3
	10	65.8	3.8	83.3	41.7	94.6	93.3	93.0	95.1	0.7	87.0	9.5	0.1	87.1

高盐废水中重金属元素的固相萃取-ICP 测定，用实际高盐废水考察固相萃取法适用性比较好的 Ni、Cu、Zn、Cd 和 Pb 元素的空白、精密度和准确度。

(1) 空白和检出限：

表 7 仪器检出限汇总表

样品标签	Cd 214.439	Cu 327.395	Mn 257.610	Ni 231.604	Pb 220.353	Zn 206.200
空白 1	0.000	-0.001	0.000	-0.001	-0.005	-0.005
空白 2	0.000	0.002	0.001	0.001	0.002	0.005
720ICP 检出限	0.0004	0.03	0.0005	0.005	0.006	0.008

用 200 mL 乙酸钠缓冲溶液溶解 32.95g 氯化钠，用 Chelex 树脂吸附重金属杂质后过滤，该溶液中氯离子质量浓度 10%，将该溶液分成两份。一份中加入 0.5mL 混合标准溶液（各元素浓度 1.0mg/L）得到 A 标样，其中各元素浓度为 0.005mg/L，另一份中加入 5.0mL 混合标准溶液（各元素浓度 1.0mg/L）得到 B 标样，其中各元素浓度为 0.05mg/L。测定元素的检测情况如表 8。

表 8 洗脱液测定结果与回收率计算结果

元素	标样 A				标样 B			
	萃取前浓度 (mg/L)	富集 倍数	萃取后浓度 (mg/L)	回收 率%	萃取前浓度 (mg/L)	富集 倍数	萃取后浓度 (mg/L)	回收 率%
Cu	0.005	10	0.293	586	0.05	10	0.823	164.6
Zn	0.005	10	0.364	728	0.05	10	0.837	167.4
Ni	0.005	10	0.051	102.0	0.05	10	0.483	96.6
Cd	0.005	10	0.046	92.0	0.05	10	0.518	103.6
Pb	0.005	10	0.053	106.0	0.05	10	0.472	94.4

从表 8 试验结果可以看出：当高盐废水（氯化钠，氯含量 10%）中 Ni、Cd、Pb 浓度为 0.005 mg/L 时，该废水经固相萃取富集后这几个元素的回收率可以达到 92.0%~102.0%；当高盐废水（氯化钠，氯含量 10%）中 Ni、Cd、Pb 浓度为 0.05mg/L 时，该废水经固相萃取富集后这几个元素的回收率可以达到 94.4%~103.6%。

根据试验统计数据表 8 以及表 6，以及《地表水环境质量标准》（GB 3838-2002）IV 类标准（主要适用于一般工业用水及人体非直接接触的娱乐用水区）质量要求（其中铜 $\leq$ 1.0mg/L，镍 $\leq$ 0.02mg/L，锌 $\leq$ 2.0mg/L，镉 $\leq$ 0.005mg/L，铅 $\leq$ 0.05 mg/L），确定方法检出下限如表 9。

表 9 固相萃取法测定高盐废水中重金属元素的有效下限浓度

元素	有效下限浓度（mg/L）
Cu	0.1
Zn	0.1
Ni	0.005
Cd	0.005
Pb	0.005

(2) 精密度和准确度（加标回收率）

A (NaCl 体系) 精密度和准确度验证实验见表 10, 其中加标样的加标量为 0.5mg/L。

表 10 氯化钠体系方法精密度和准确度验证汇总表

样品标签	Cd 214.439	Cu 327.395	Ni 231.604	Pb 220.353	Zn 206.200
样品 1 (mg/L)	0.000	1.596	0.019	0.003	0.102
样品 2 (mg/L)	0.000	1.599	0.019	0.007	0.109
样品 3 (mg/L)	0.000	1.592	0.018	0.003	0.100
样品 4 (mg/L)	0.000	1.617	0.021	0.006	0.110
样品 5 (mg/L)	0.000	1.609	0.018	0.003	0.105
样品 6 (mg/L)	0.000	1.588	0.019	0.004	0.107
样品 7 (mg/L)	0.000	1.597	0.019	0.005	0.101
样品 8 (mg/L)	0.000	1.604	0.019	0.005	0.103
样品 9 (mg/L)	0.000	1.598	0.018	0.004	0.099
样品平均 (mg/L)	<b>0.000</b>	<b>1.600</b>	<b>0.019</b>	<b>0.004</b>	<b>0.104</b>
RSD (%)		0.6	4.8	33.1	3.8
加标样 1 (mg/L)	0.500	2.055	0.517	0.469	0.586
加标样 2 (mg/L)	0.509	2.086	0.526	0.490	0.593
加标样 3 (mg/L)	0.502	2.052	0.517	0.475	0.577
加标样 4 (mg/L)	0.509	2.085	0.520	0.479	0.589
加标样 5 (mg/L)	0.505	2.065	0.521	0.480	0.589
加标样 6 (mg/L)	0.506	2.068	0.518	0.477	0.583
加标样平均 (mg/L)	<b>0.505</b>	<b>2.068</b>	<b>0.520</b>	<b>0.478</b>	<b>0.586</b>
RSD(%)	0.7	0.7	0.7	1.4	1.0
加标回收率 1(%)	100.0	91.0	99.6	92.9	96.3
加标回收率 2(%)	101.8	97.2	101.4	97.1	97.7
加标回收率 3(%)	100.4	90.4	99.6	94.1	94.5
加标回收率 4(%)	101.8	97.0	100.2	94.9	96.9
加标回收率 5(%)	100.9	93.1	100.5	95.0	97.0
加标回收率 6(%)	101.1	93.7	99.9	94.5	95.7
平均加标回收率(%)	<b>101.0</b>	<b>93.7</b>	<b>100.2</b>	<b>94.8</b>	<b>96.4</b>
RSD(%)	0.7	3.1	0.7	1.5	1.2

B (NH<sub>4</sub>Cl 体系) 精密度和准确度验证实验见表 11, 其中加标样的加标量为 0.5mg/L。

表 11 氯化铵体系方法精密度和准确度验证汇总表

样品标签	Cd 214.439	Cu 327.395	Ni 231.604	Pb 220.353	Zn 206.200
样品 1 (mg/L)	0.000	0.422	1.445	0.303	9.072

样品 2 (mg/L)	0.000	0.415	1.460	0.303	9.102
样品 3 (mg/L)	0.001	0.408	1.447	0.292	9.030
样品 4 (mg/L)	0.000	0.418	1.449	0.302	9.075
样品 5 (mg/L)	0.000	0.410	1.455	0.296	9.026
样品 6 (mg/L)	0.000	0.410	1.450	0.294	9.041
样品 7 (mg/L)	0.000	0.418	1.452	0.303	9.087
样品 8 (mg/L)	0.001	0.413	1.448	0.297	9.052
样品 9 (mg/L)	0.000	0.410	1.452	0.295	9.033
<b>样品平均 (mg/L)</b>	<b>0.000</b>	<b>0.414</b>	<b>1.451</b>	<b>0.298</b>	<b>9.057</b>
RSD (%)	/	1.2	0.3	1.5	0.3
加标样 1 (mg/L)	0.503	0.914	1.950	0.762	9.538
加标样 2 (mg/L)	0.511	0.916	1.946	0.782	9.570
加标样 3 (mg/L)	0.503	0.915	1.952	0.763	9.548
加标样 4 (mg/L)	0.516	0.925	1.961	0.783	9.535
加标样 5 (mg/L)	0.507	0.915	1.948	0.772	9.564
加标样 6 (mg/L)	0.510	0.920	1.956	0.773	9.526
<b>加标样平均 (mg/L)</b>	<b>0.508</b>	<b>0.917</b>	<b>1.952</b>	<b>0.773</b>	<b>9.547</b>
RSD(%)	1.0	0.5	0.3	1.2	0.2
加标回收率 1(%)	100.6	100.0	99.8	92.7	96.1
加标回收率 2(%)	102.2	100.4	99.0	96.7	102.6
加标回收率 3(%)	100.6	100.2	100.2	92.9	98.2
加标回收率 4(%)	103.2	102.2	102.0	96.9	95.5
加标回收率 5(%)	101.4	100.2	99.4	94.7	101.4
加标回收率 6(%)	101.9	101.2	101.1	94.9	93.8
<b>平均加标回收率(%)</b>	<b>101.6</b>	<b>100.7</b>	<b>100.3</b>	<b>94.8</b>	<b>97.9</b>
RSD(%)	1.0	0.8	1.1	1.9	3.5

C（混合体系）精密度和准确度验证实验见表 12，其中加标样的加标量为 0.5mg/L。

表 12 混合体系方法精密度和准确度验证汇总表

样品标签	Cd 214.439	Cu 327.395	Ni 231.604	Pb 220.353	Zn 206.200
样品 1 (mg/L)	0.000	1.009	0.732	0.153	4.605
样品 2 (mg/L)	0.000	1.007	0.739	0.155	4.621
样品 3 (mg/L)	0.001	1.000	0.732	0.148	4.543



样品 4 (mg/L)	0.000	1.017	0.735	0.154	4.605
样品 5 (mg/L)	0.000	1.009	0.736	0.150	4.585
样品 6 (mg/L)	0.000	0.999	0.734	0.149	4.547
样品 7 (mg/L)	0.000	1.008	0.736	0.154	4.613
样品 8 (mg/L)	0.000	1.009	0.734	0.151	4.574
样品 9 (mg/L)	0.000	1.004	0.735	0.149	4.566
<b>样品平均 (mg/L)</b>	<b>0.000</b>	<b>1.007</b>	<b>0.735</b>	<b>0.151</b>	<b>4.584</b>
RSD (%)	/	0.5	0.3	1.8	0.6
加标样 1 (mg/L)	0.502	1.479	1.233	0.616	5.062
加标样 2 (mg/L)	0.510	1.501	1.236	0.636	5.091
加标样 3 (mg/L)	0.503	1.483	1.234	0.619	5.047
加标样 4 (mg/L)	0.513	1.505	1.240	0.631	5.062
加标样 5 (mg/L)	0.506	1.490	1.235	0.626	5.056
加标样 6 (mg/L)	0.508	1.494	1.237	0.625	5.054
<b>加标样平均 (mg/L)</b>	<b>0.507</b>	<b>1.492</b>	<b>1.236</b>	<b>0.625</b>	<b>5.062</b>
RSD(%)	0.8	0.7	0.2	1.2	0.3
加标回收率 1(%)	100.3	94.5	99.7	92.8	95.5
加标回收率 2(%)	102.0	98.8	100.2	96.9	101.4
加标回收率 3(%)	100.5	95.3	99.9	93.5	92.6
加标回收率 4(%)	102.5	99.6	101.1	95.9	95.5
加标回收率 5(%)	101.1	96.6	100.0	94.9	94.4
加标回收率 6(%)	101.5	97.5	100.5	94.7	94.1
<b>平均加标回收率(%)</b>	<b>101.3</b>	<b>97.1</b>	<b>100.2</b>	<b>94.8</b>	<b>95.6</b>
RSD(%)	0.8	2.0	0.5	1.6	3.2

用固相萃取法在优化条件下分别对高盐废水 A (NaCl 体系, 进净化车间的氧化铜洗水, Cl<sup>-</sup>含量 7.45%)、B (NH<sub>4</sub>Cl 体系, 氯化铵母液稀释 3 倍, Cl<sup>-</sup>含量 7.6%, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>含量 2.4%) 和 C (混合体系, 将 A 和 B 按 1:1 体积比混合, Cl<sup>-</sup>含量 7.52%, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>含量 1.2%) 进行方法验证, 结果表明固相萃取法-ICP 法测定高盐废水样品中的 Ni、Cu、Zn、Cd 和 Pb 五个重金属元素具有良好的精密度和准确度。

### (3) 质量控制

#### 空白试验

试验需有双空白, 以 25mL 水代替样品, 其他过程与样品处理及测定过程完全一致, 包括加入试剂种类和量也需一致。

#### 精密度控制

每批样品平行样不得少于 10%, 平行样的相对偏差不得超过±10% (定量下限以上)。

准确度控制

标准曲线点不得少于 6 个（除空白），各元素标准曲线相关系数  $r$  不得小于 0.995。

每批样品加标样不得少于 10%，加标回收率应控制在 90%~110%。

#### 四、标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

标准不涉及专利。

#### 五、产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

国内目前环保类标准与之相关的检测标准主要有两项：第一项，《水质 65 中元素的测定电感耦合等离子体质谱法》HJ 700-2014，本标准适用于地表水、地下水、生活污水、低浓度工业废水中 65 种金属元素的测定，对高浓度的废水不适用；第二项，《水质 32 种元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法》HJ 776-2015，本标准适用于地表水、地下水、生活污水及工业废水中 32 种金属元素的测定，其中对于“非光谱干扰”中提到“尤其当样品含有大量可溶盐或样品酸度过高，都会对测定产生干扰。”实际应用中发现，高浓度的含盐废水使用第二项标准并不能满足检测要求，且多次稀释易造成人为操作误差，待测元素稀释后易低于测定下限。另一方面，高盐废水因其盐度过高，经常会堵塞进样器管路，对仪器寿命造成影响。本标准的制定将进一步完善现有标准体系，为高盐废水的处理处置和达标排放提供检测依据。

#### 六、标准水平分析

本标准根据高盐废水中铜、镍、铅、锌、镉测定实际情况进行制定。方法全面，测定速度快，可操作性强，已经在相关领域中得到广泛应用。综合分析，本标准为国内先进水平。

#### 七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

国内目前没有查阅到高盐废水中的重金属元素测定方法，环保与地质矿产行业查阅到的相关标准如下：

《水质 65 中元素的测定电感耦合等离子体质谱法》HJ 700-2014

《水质 32 种元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法》HJ 776-2015

《地下水水质检验方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜、铅、锌、镉、锰、铬、镍、钴、钒、锡、铍及钛》DZ/T 0064.22-1993

《污水综合排放标准》GB 8978-1996

《地表水环境质量标准》GB 3838-2002

相关使用树脂分离富集测定重金属元素的标准主要查阅到：

《地下水水质检验方法 螯合树脂交换富集火焰原子吸收光谱法测定铜、铅、锌、镉、镍和钴》DZ/T 0064.20-1993

《出口高盐食品中镉的测定》SNT4887-2017

《出口高盐食品中铅的测定》SNT4888-2017

本标准的制定与上述标准不存在交叉，与现有标准，尤其是强制性标准是协调一致的。

#### 八、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

**九、标准性质的建议说明；**

本标准为您推荐性化工行业标准。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

建议尽快实施。

**十一、废止现行相关标准的建议**

无。

**十二、其他应予说明的事项。**

无。