

中华人民共和国国家标准

水质 硒的测定
石墨炉原子吸收分光光度法

GB/T 15505—1995

Water quality—Determination of selenium
—Graphite furnace atomic absorption spectrometric method

1 主题内容和适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定水与废水中硒的石墨炉原子吸收分光光度法。

1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于水与废水中硒的测定。

1.2.2 方法检测限为 0.003 mg/L,测定范围为 0.015~0.2 mg/L。

1.2.3 干扰:废水中的共存离子和化合物在常见浓度下不干扰测定。当硒的浓度为 0.08 mg/L 时,锌(或镉、铋)、钙(或银)、铜、铁、钾、铜、钼、硅、钡、铝(或铋)、钠、镁、砷、铅、锰的浓度达 7 500 mg/L、6 000 mg/L、5 000 mg/L、2 750 mg/L、2 500 mg/L、2 000 mg/L、1 000 mg/L、750 mg/L、450 mg/L、350 mg/L、300 mg/L、150 mg/L、100 mg/L、75 mg/L、20 mg/L,以及磷酸根、氟离子、硫酸根、氯离子的浓度达 550 mg/L、225 mg/L、150 mg/L、125 mg/L 时,对测定无干扰。

2 定义

2.1 溶解硒:未酸化的试样中能通过 0.45 μm 滤膜的硒。

2.2 硒总量:未经过滤的试样消解后测得的硒含量,或试样中溶解和悬浮两部分硒含量的总和。

3 方法原理

将试样或消解处理过试样直接注入石墨炉,在石墨炉中形成的基态原子对特征电磁辐射产生吸收,将测定的试样吸光度与标准溶液的吸光度进行比较,确定试样中被测元素的浓度。

4 试剂

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂,去离子水或同等纯度的水。

4.1 硝酸(HNO_3): $\rho=1.42\text{ g/mL}$,优级纯。

4.2 硝酸(HNO_3): $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

4.3 载气:氩气,纯度不低于 99.99%。

4.4 硝酸溶液:1+1。用硝酸(4.2)配制。

4.5 硝酸溶液:1+49。用硝酸(4.1)配制。

4.6 硝酸溶液:1+499。用硝酸(4.1)配制。

4.7 硒粉:高纯,99.999%。

4.8 硒标准储备液:1 000 mg/L。称取硒粉(4.7)1.000 0 g 用 5 mL 硝酸(4.1)溶解,必要时加热,直到

国家环境保护局 1995-03-15 批准

1995-08-01 实施

完全溶解转移入 1 000 mL 容量瓶中,用去离子水稀释至 1 000 mL。

4.9 硒标准使用液: $\rho = 0.4 \text{ mg/L}$ 。用硝酸溶液(4.6)稀释硒标准储备液(4.8)配制。

4.10 硝酸镍, $(\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ 。

4.11 硝酸镍溶液: $\rho = 16 \text{ g/L}$ 镍。称取硝酸镍(4.10)79.251 g,溶于适量水中,用水稀释至 1 000 mL。

5 仪器

常用实验室仪器。

原子吸收分光光度计及相应的辅助设备,配有石墨炉和背景校正器,光源选用空心阴极灯或无极放电灯,仪器操作参数参照厂家的说明进行选择。

注:实验用的玻璃或塑料器皿用洗涤剂洗净后在硝酸溶液(4.4)中浸泡过夜,使用前用水冲洗干净。

6 样品

6.1 采样

用聚乙烯塑料瓶采集样品,分析硒总量的样品,采集后立即加硝酸(4.1)酸化至 pH1~2。正常情况下,每 1 000 mL 样品中加入 2 mL 硝酸(4.1)。常温下,可保存半年。

6.2 试样制备

分析溶解硒时,样品采集后立即用 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜过滤,滤液按(6.1)酸化后储存于聚乙烯瓶中。

7 分析步骤

7.1 试样的预处理

7.1.1 测定溶解硒时,用(6.2)制备试样,视需要按(7.1.2)、(7.1.3)步骤处理,再按(8.1.2)步骤测定。

7.1.2 测定硒总量时,若试样不需消解,取适量试样按(8.1.2)步骤测定。若试样需消解,混匀后取适量试样置于 250 mL 烧杯中,按(7.1.3)步骤消解,(8.1.2)步骤测定。

7.1.3 取均匀混合的试样 50~200 mL,加入 5~10 mL 硝酸(4.1)在电热板上加热蒸发至 1 mL 左右。若试液混浊不清,颜色较深,再补加 2 mL 硝酸(4.1),继续消解至试液清澈透明,呈浅色或无色,并蒸发至近干。取下稍冷,加入 20 mL 硝酸(4.5),温热,溶解可溶性盐类,若出现沉淀,用中速滤纸滤入 50 mL 容器中,用去离子水稀释至标线。

7.2 空白试验溶液的制备

在测定试样的同时,测定空白。取适量去离子水代替试样置于 250 mL 烧杯中,视需要按(7.1.2)或(7.1.3)步骤处理,再按(8.1.2)步骤测定。

7.3 标准溶液系列的制备

参照表 1,在 10 mL 具塞比色管中,加入硒标准液(4.9)配制,至少 5 个工作标准溶液,加入 0.1 mL 硝酸(4.1)和 0.5 mL 硝酸镍溶液(4.11),用去离子水定容至 10 mL。试样被测元素的浓度应在标准系列浓度范围内。

表 1

硒标准使用液(4.9)加入体积, mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
工作标准溶液浓度, mg/L	0	0.040	0.080	0.120	0.160	0.200

8 校准和测定

8.1 绘制标准曲线

8.1.1 表 2 和表 3 是仪器测试的各项参数。

表 2

元素	波长, nm	灯电流, mA	狭缝, nm	载气
硒	196.0	8	1.3	氩气

表 3

阶段	温度, °C	时间, s
干燥	120	20
灰化	400	10
原子化	2 400	5
清洗	2 600	2

8.1.2 根据表 2 和表 3 选择波长等条件以及设置石墨炉升温程序, 空烧至石墨炉稳定。向石墨管内注入用(7.2)与(7.3)所制备的空白和工作标准溶液, 记录吸光度。

8.1.3 用测得的吸光度与相对应的浓度绘制标准曲线。

8.2 试样测定

8.2.1 将(7.1.2)或(7.1.3)所制备的试样按(8.1.2)的步骤测定。

8.2.2 根据扣除空白吸光度后的试样吸光度, 在标准曲线中查出试样中硒的浓度。

注: ① 在测量时, 应确保硒空心阴极灯有 1 h 以上的预热时间。

② 在每次测定前, 须重复测定空白和工作标准溶液, 及时校正仪器和石墨管灵敏度的变化。

9 结果的表述

硒的浓度按下式计算:

$$C = C' \times \frac{V'}{V}$$

式中: C —— 试样中硒的浓度, mg/L;

C' —— 标准曲线上查得的硒浓度, mg/L;

V —— 试样的体积, mL;

V' —— 测定时定容体积, mL。

报告结果中, 要指明测定的是溶解硒还是硒总量。

10 精密度与准确度

表 4

实验室数目	统一试样浓度 mg/L	重复性		再现性		加标回收率 %
		标准偏差 mg/L	变异系数 %	标准偏差 mg/L	变异系数 %	
4	0.020	0.001 8	8.8	0.000 1	0.5	
5	0.100	0.003 0	3.0	0.001 1	1.1	102
4	0.180	0.044	2.4	0.001 3	0.7	

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司标准处提出。

本标准由上海市环境监测中心负责起草。

本标准主要起草人韩中豪、谢争。

本标准由中国环境监测总站负责解释。