

中华人民共和国国家标准

水质 钒的测定
石墨炉原子吸收分光光度法

GB/T 14673-93

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

1 主题内容和适用范围

本标准规定了测定废水中钒的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于废水中钒的测定。

测量范围与所用仪器的特性有关。一般仪器的测定范围为 0.05~1.0 mg/L。

废水中的共存离子和化合物在常见浓度下不干扰测定,但当钒的浓度为 1 mg/L,而铅、钼的浓度超过 300 mg/L,铁的浓度超过 200 mg/L,砷、锑、铋的浓度超过 100 mg/L,硝酸的浓度超过 6%(V/V)时,将会抑制钒的吸收,使钒的测定结果偏低。

2 方法原理

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

3 试剂

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准或行业标准的分析纯试剂,去离子水或同等纯度的水。

- 3.1 硝酸(HNO₃): ρ = 1.42 g/mL,优级纯。
- 3.2 硝酸(HNO₃): ρ = 1.42 g/mL,分析纯。
- 3.3 载气:氩气,纯度不低于 99.99%。
- 3.4 硝酸溶液:1+1。
- 3.5 硝酸溶液:1+49。用硝酸(3.1)配制。
- 3.6 硝酸溶液:1+499。用硝酸(3.1)配制。
- 3.7 偏钒酸铵(NH₄VO₃):光谱纯。
- 3.8 钒标准贮备液:1.000 0 g/L。称取偏钒酸铵(3.7)2.296 0 g(精确至 0.000 2 g),用 5 mL 硝酸(3.1)溶解,必要时加热,直到完全溶解,用水稀释至 1 000 mL。
- 3.9 钒标准使用液:1.00 mg/L。用硝酸溶液(3.6)稀释钒标准贮备液(3.8)配制。

4 仪器

常用实验室仪器和:

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(3.4)中浸泡,使用前用水冲洗干净。

国家环境保护局 1993-09-18 批准

1994-05-01 实施

5 采样和样品

5.1 定义

5.1.1 溶解的金属:未酸化的样品中能通过 0.45 μm 滤膜的金属。

5.1.2 金属总量:未过滤的样品消解后测得的金属,或样品中溶解和悬浮的两部分金属的含量。

5.2 采样

用聚乙烯塑料瓶采集样品。分析金属总量的样品,采集后立即加硝酸(3.1)酸化至 pH 1~2,正常情况下,每 1 000 mL 样品中加入 2 mL 硝酸(3.1)。

5.3 试样的制备

分析溶解的金属时,样品采集后立即用 0.45 μm 滤膜过滤,滤液按(5.2)中的要求酸化后贮存于聚乙烯瓶中。常温下可保存三个月。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

6.1.1 测定溶解金属时,用(5.3)制备的试样,按 7.1.2 步骤测定。

6.1.2 测定金属总量时,若样品不需消解,取 10 mL 试样按 7.1.2 步骤测定。若样品需消解,混匀后取 100.0 mL 实验室样品置于 200 mL 烧杯中,按 6.1.3 消解,7.1.2 步骤测定。

6.1.3 取均匀混合的水样 50~200 mL,加入 5~10 mL 硝酸(3.1),在电热板上加热煮沸,蒸发至 1 mL 左右。若试液混浊不清,颜色较深,再补加硝酸(3.1)继续消解至试液清澈透明,呈浅色或无色,继续蒸至近干。取下稍冷,加 20 mL 硝酸(3.5),温热溶解可溶性盐类。若出现沉淀,用中速滤纸滤入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。

6.2 空白试验溶液的制备

在测定试样的同时,测定空白。取 100.0 mL 硝酸溶液(3.6)代替试样,置于 200 mL 烧杯中,按(7.1.2)步骤测定。

6.3 校准溶液系列的制备

6.3.1 参照表 1,在 10 mL 具塞比色管中,加入钒标准使用液(3.9)配制至少 5 个工作标准溶液,用去离子水定容至 10 mL,其浓度范围应包括试样被测元素的浓度。

表 1

钒标准使用液(3.9)加入体积,mL	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.0
工作标准溶液浓度,mg/L	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

7 校准和测定

7.1 光谱测量

7.1.1 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
钒	318.4	12.5	1.3	氩气

表 3

阶 段	温 度,℃	时 间,s
干燥	80~120	20
灰化	900~900	10
原子化	2 800~2 800	5
清洗	2 900~2 900	3

7.1.2 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。向石墨管内加入空白、工作标准溶液或试样,记录吸光度。

7.1.3 根据扣除空白吸光度后的样品吸光度,在校准曲线中查出样品中的金属浓度。

7.2 绘制校准曲线

7.2.1 将 6.3.1 所制备的标准系列,按 7.1.2 的步骤测定。

7.2.2 用测得的吸光度与相对应的浓度绘制校准曲线。

注:① 将相应的数值存入储存器内,在存入的该校准曲线上,可直接读出待测样品的浓度。

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的灵敏度。

8 结果的表述

钒的浓度按下式计算:

$$C = W/V$$

式中: C —— 试样中钒的浓度,mg/L;

W —— 试料中钒的量,mg;

V —— 试料的体积,mL。

报告结果中,要指明测定的是溶解的金属还是金属总量。

9 精密度与准确度(见表 4)

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 %	
6	1.043	0.038	3.6	0.050	4.8	99.1

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。

本标准主要起草人谢争、韩中豪。

本标准由中国环境监测总站负责解释。