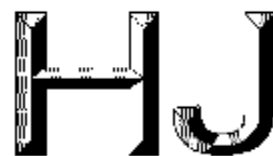


附件 4



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-202□

---

水质 总铟的测定  
石墨炉原子吸收分光光度法

**Water quality – Determination of total indium  
– Graphite furnace atomic absorption spectrometry**

（征求意见稿）

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

---

生 态 环 境 部 发 布

# 目 次

前 言 .....	ii
1 适用范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 干扰和消除 .....	1
6 试剂和材料 .....	1
7 仪器和设备 .....	2
8 样品 .....	2
9 分析步骤 .....	3
10 结果计算与表示 .....	3
11 精密度和准确度 .....	4
12 质量保证和质量控制 .....	4
13 废物处理 .....	4
14 注意事项 .....	4
附录 A（资料性附录） 标准加入法.....	5

# 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范工业废水中总钢的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定工业废水中总钢的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：江苏省南京环境监测中心。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、江苏省理化测试中心、江苏省常州环境监测中心、江苏省镇江环境监测中心、江苏省泰州环境监测中心、南京市江宁区环境监测站。

本标准生态环境部 202□年□□月□□日批准。

本标准自 202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 水质 总铟的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

警告：硝酸具有强腐蚀性和强氧化性，样品前处理过程应在通风橱中进行，操作时应按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

## 1 适用范围

本标准规定了测定工业废水中总铟的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于工业废水中总铟的测定。

当进样体积为 20  $\mu\text{L}$  时，本方法的检出限为 2  $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 8  $\mu\text{g/L}$ 。

## 2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 677 水质 金属总量的消解 硝酸消解法

## 3 术语和定义

总铟 total indium

指未经过滤的样品经消解后所测定的铟。

## 4 方法原理

样品经消解后注入石墨炉原子化器中，经干燥、灰化和原子化，形成铟基态原子蒸汽，对铟空心阴极灯或其他光源发射的特征谱线产生选择性吸收。在一定范围内其吸光度与铟的质量浓度成正比。

## 5 干扰及消除

5.1 低于 10 mg/L 的 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Bi、Cd、Co、Cr、Cu、Mn、Mo、Ni、Pb、Se、Sr、Ti、Tl、V、Zn，低于 500 mg/L 的 K、Na、Mg、Ca、Fe 和低于 10000 mg/L 的氯离子对测定结果无显著影响。

5.2 当样品基体干扰严重时，可采用标准加入法进行测定，参见附录 A。

## 6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为新制备的去离子水或同等纯度的水。

6.1 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

6.2 硝酸钯 $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ ：优级纯。

6.3 硝酸镁 $[\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ：优级纯。

6.4 铟：光谱纯，质量分数  $\geq 99.99\%$ 。

6.5 硝酸溶液：1+1，用硝酸（6.1）配制。

6.6 硝酸溶液：1+99，用硝酸（6.1）配制。

### 6.7 基体改进剂：硝酸钡-硝酸镁混合溶液

称取 0.26 g（精确至 0.01 g）硝酸钡（6.2），加入 2 ml 硝酸（6.1）和少量实验用水溶解。称取 0.11g（精确至 0.01 g）硝酸镁（6.3），用少量实验用水溶解，将两种溶液混合，用实验用水定容至 100 ml。也可使用市售溶液。

### 6.8 铟标准贮备液： $\rho(\text{In})=100\text{ mg/L}$ 。

准确称取 0.1 g（精确至 0.0001 g）铟（6.4），用 50 ml 硝酸溶液（6.5）加热溶解，冷却后转移至 1000 ml 容量瓶中，用实验用水定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中贮存，4℃以下冷藏保存。也可使用市售有证标准溶液。

### 6.9 铟标准中间液： $\rho(\text{In})=10.0\text{ mg/L}$

移取 10.00 ml 铟标准贮备液（6.8）于 100 ml 容量瓶中，用硝酸溶液（6.6）定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中，4℃以下冷藏可保存 6 个月。

### 6.10 铟标准使用液： $\rho(\text{In})=500\text{ }\mu\text{g/L}$

移取 5.00 ml 铟标准中间液（6.9）于 100 ml 容量瓶中，用硝酸溶液（6.6）定容至标线，摇匀。临用现配。

### 6.11 氩气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

### 6.12 水系微孔滤膜：0.45 $\mu\text{m}$ 孔径。

## 7 仪器和设备

7.1 石墨炉原子吸收分光光度计：具有背景校正功能。

7.2 铟空心阴极灯或其他光源。

7.3 温控电热板：具有温控功能。

7.4 一般实验室常用仪器和设备。

## 8 样品

### 8.1 样品的采集

按照 HJ 91.1 的相关规定执行。

### 8.2 样品的保存

样品采集后立即加入适量硝酸（6.1）使硝酸含量达到 1%，强碱性样品可增加酸量至  $\text{pH}\leq 2$ ，储存于聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶中，1 个月内测定。

### 8.3 试样的制备

量取 50.0 ml 混合均匀的水样（8.2）于 150 ml 玻璃烧杯中，加入 2 ml 硝酸（6.1），置于温控电热板（7.3）上，盖上表面皿，保持溶液温度  $95\pm 5^\circ\text{C}$ ，不沸腾加热回流 30min，移去表面皿，蒸发至近干。取下冷却，反复进行这一过程，直至试样溶液颜色变浅或稳定不变。冷却后，加入 1 ml 硝酸溶液（6.5）溶解沉淀，用实验用水淋洗烧杯内壁和表面皿至少 3 次，全量移入 50 ml 容量瓶中，用实验用水定容至标线，摇匀待测。如果试样中有不溶颗粒，可静置、离心或用水系微孔滤膜（6.12）过滤，取澄清液贮存于聚乙烯瓶中。

注：总铟试样的电热板消解也可按照 HJ 677 执行。

### 8.4 空白试样的制备

以同批次实验用水代替样品，按照与试样制备相同步骤进行空白试样的制备。

## 9 分析步骤

### 9.1 参考测量条件

根据仪器使用说明书调节仪器至最佳工作状态，参考测量条件见表 1。

表 1 参考测量条件

光源	钢空心阴极灯
测定波长 (nm)	325.6、303.9
灯电流 (mA)	15
通带宽度 (nm)	0.7
干燥温度 (°C) /干燥时间 (s)	110~140/70
灰化温度 (°C) /灰化时间 (s)	1200/20
原子化温度 (°C) /原子化时间 (s)	2100/3
清除温度 (°C) /清除时间 (s)	2450/3
氩气流速 (ml/min)	250
基体改进剂 (μl)	5
进样体积 (μl)	20
注：如果使用纵向加热方式的仪器进行测定，可将原子化和清除温度升高 200 °C~400 °C。	

### 9.2 标准曲线的绘制

分别移取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml 钢标准使用液（6.10）于 50 ml 容量瓶中，用硝酸溶液（6.6）定容至标线，摇匀。标准系列浓度分别为 0.0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0、50.0 μg/L。按照参考测量条件（9.1），由低浓度到高浓度依次向石墨管内加入 20 μl 标准溶液和 5 μl 基体改进剂，测定吸光度。以吸光度为纵坐标，钢质量浓度为横坐标，绘制标准曲线。

### 9.3 试样的测定

将制备好的试样（8.3），按照与绘制标准曲线相同的测量条件（9.1）和操作步骤（9.2）进行测定。如果测定结果超出标准曲线范围，应将试样用硝酸溶液（6.6）稀释后重新测定。稀释倍数记作D。

### 9.4 空白试验

将制备好的空白试样（8.4），按照与绘制标准曲线相同的测量条件（9.1）和操作步骤（9.2）进行测定。

## 10 结果计算与表示

### 10.1 结果计算

样品中总钢的质量浓度  $\rho$  按下式计算：

$$\rho = \rho_1 \times D$$

式中： $\rho$  —— 样品中总钢的质量浓度，μg/L；

$\rho_1$  —— 由标准曲线查得试样中钢的质量浓度，μg/L；

*D*—— 试样稀释倍数；

## 10.2 结果表示

当测定结果小于 100 μg/L 时，保留至整数位；测定结果大于或等于 100 μg/L 时，保留三位有效数字。

## 11 精密度和准确度

### 11.1 精密度

六家实验室分别对低、中、高三种不同浓度的统一工业废水样品进行了 6 次重复测定，实验室内相对标准偏差分别为 6.7%~13.0%、4.3%~7.4%和 2.8%~5.8%；实验室间相对标准偏差分别为 7.7%、5.9%和 4.6%；重复性限分别为 2.6 μg/L、2.8 μg/L 和 3.1 μg/L；再现性限分别 3.2 μg/L、3.7 μg/L 和 4.1 μg/L。

### 11.2 准确度

六家实验室分别对三种浓度工业废水统一样品进行加标回收测定，加标回收率分别为 97.4%~119%、79.6%~101%和 87.3%~107%；加标回收率最终值分别为 107%±15.0%、91.6%±17.0%和 97.0%±16.2%。

## 12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品至少测定 1 个空白试样，其测定结果应低于方法检出限。

12.2 每批样品分析应绘制标准曲线，标准曲线至少包含 6 个浓度点（含零点），标准曲线的相关系数应不小于 0.995。每测定 10 个样品应进行标准曲线中间浓度点的核查，测定结果的相对偏差应不大于 10%，否则，应重新绘制标准曲线。

12.3 每批样品至少测定 10%的平行双样，样品数量少于 10 时，应至少测定 1 个平行双样。平行双样测定的相对偏差应不大于 20%。

12.4 每批样品至少测定 10%的基体加标样品，样品数量少于 10 时，应至少测定 1 个基体加标样品，加标回收率应在 70%~130%之间。

## 13 废物处理

实验中产生的废液应置于密闭容器中收集和保管，委托有资质的单位进行处理。

## 14 注意事项

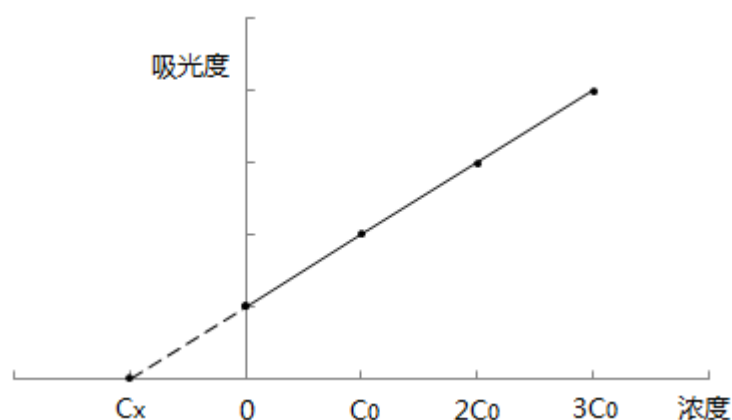
高浓度样品测量后，石墨管增加空烧次数以消除记忆效应。

附录 A  
(资料性附录)  
标准加入法

A.1 校准曲线绘制方法

分别量取等量待测试样 4 份 (浓度为  $C_x$ )，配制总体积相同的 4 份溶液。1 份不加标准溶液，其余 3 份分别按比例加入不同浓度标准溶液，溶液浓度通常分别为： $C_x$ 、 $C_x+C_0$ 、 $C_x+2C_0$ 、 $C_x+3C_0$ ；加入标准溶液  $C_0$  的浓度约等于 0.5 倍量的试样浓度，即  $C_0 \approx 0.5C_x$ 。

用空白溶液调零，在相同条件下依次测定 4 份溶液的吸光度，以吸光度为纵坐标，加入标准溶液的浓度为横坐标，绘制校准曲线，曲线反相延伸与横坐标的交点即为待测试样的浓度。待测试样浓度与对应吸光度的关系见图 A.1。



附图 A.1 待测样品浓度与对应吸光度的关系

A.2 注意事项

A.2.1 本方法只适用于待测样品浓度与吸光度呈线性的区域。

A.2.2 加入标准溶液所引起的体积误差不应超过 0.5%。

A.2.3 本方法只能补偿基体效应造成的影响，不能补偿背景吸收的影响。

A.3 标准加入法的适用性判断

测定待测样品，吸光度为  $A$ ，从校准曲线上查得浓度为  $x$ 。向待测样品中加入标准溶液浓度为  $s$ ，吸光度为  $B$ ，从校准曲线上查得浓度为  $y$ 。按照下式计算待测样品的浓度  $c$ ：

$$c = \left( \frac{s}{y - x} \right) \cdot x$$

当基体效应存在时， $\frac{s}{y - x}$  在 0.5~1.5 之间，可用标准加入法；当  $\frac{s}{y - x}$  超出此范围时，标准加入法也不适用。