

HZ-HJ-SZ-0091

水质—钡的测定—原子吸收分光光度法

1 范围

本方法规定了测定工业废水中可滤性钡的原子吸收分光光度法。

本方法适用于化工、机械制造行业等排放工业废水中可滤性钡的测定。

本方法检测限为 1.7mg/L，测定上限为 500mg/L。若样品浓度大于测定上限，可于分析前将样品适当稀释。

当试样中共存有 5000mg/L 钾、钠、镁、锶、铁；500mg/L 铬；100mg/L 锂及 10%(V/V)硝酸、4%(V/V)高氯酸、2%(V/V)盐酸时对钡的测定无显著影响。100mg/L 钙的存在所产生的背景吸收的影响也可忽略。

2 定义

可滤性钡：未经酸化的水样中能够通过 0.45 μ m 滤膜的钡。

3 原理

从钡空心阴极灯辐射出的特征波长(553.6nm)的光，通过火焰(乙炔—空气)原子化系统产生样品蒸气时，被蒸气中钡元素的基态原子所吸收，测量 553.6nm 处的吸光度便可定量测出样品中钡的浓度。

4 试剂和材料

除非另用说明，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(HNO₃)： $\rho=1.42$ g/mL 优级纯。

4.2 硝酸(HNO₃)： $\rho=1.42$ g/mL。

4.3 高氯酸(HClO₄)： $\rho=1.67$ g/mL，优级纯。

4.4 硝酸溶液：1+1。用硝酸(4.2)配制。

4.5 硝酸溶液：1+99。用硝酸(4.1)配制。

4.6 钡标准贮备液：10.0mg/mL。称取 1.903g 硝酸钡(Ba(NO₃)₂，光谱纯)，用硝酸(4.5)溶解，必要时加热，直至溶解完全，然后用硝酸(4.5)稀释定容至 100mL。

4.7 燃料：乙炔，用钢瓶气或乙炔发生器供给，纯度不低于 99.6%。

4.8 氧化剂：空气，一般由气体压缩机供给，进入燃烧器以前应经过适当过滤，以除去其中的水、油和其他杂质。

4.9 滤膜：孔径 0.45 μ m。

5 仪器

5.1 通用实验室设备

所用玻璃器皿、聚乙烯容器、过滤器等均先后用洗涤剂，和硝酸(4.4)洗刷或浸泡并用水冲洗干净后备用。

5.2 原子吸收分光光度计及钡空心阴极灯。仪器操作参数可根据仪器说明书进行选择，下列参数供参考：

- a. 测量波长： 553.6nm；
- b. 灯电流： 10mA；
- c. 通带宽度： 0.5nm；
- d. 观察高度： 12mm；
- e. 火焰种类：乙炔—空气，还原型。

注：①乙炔—空气火焰点燃后，必须使燃烧器温度达到热平衡后方可进行测量，否则将影响测定的灵敏度和精密度。

②测钡灵敏度还强烈地依赖于火焰类型和观察高度，因此必须仔细地控制乙炔和空气的比例，

恰当地调节燃烧器高度。

6 试样制备

用聚乙烯塑料瓶采集样品，样品采集后立即(或尽快)通过 0.45 μm 滤膜过滤，得到的滤液用硝酸(4.1)酸化至 pH1~2 之间并注入聚乙烯塑料瓶保存。

7 操作步骤

7.1 溶液的制备

7.1.1 工作标准溶液的制备

用硝酸溶液(4.5)稀释标准贮备液(4.6)，至少制备四个工作标准溶液，其浓度范围应包括试样中待测钡元素的浓度。

7.1.2 试样的制备

样品(6)或样品(6)的稀释液即为试样。样品(6)的稀释采用硝酸溶液(4.5)。如果样品(6)含较多有机物需要消解，则取 100mL 样品(6)置烧杯中，加 5mL 硝酸(4.1)，在电热板上加热至大部分有机物分解。取下稍冷，加入 2mL 高氟酸(4.3)继续加热至开始冒白烟。如果消解不完全，应再补加 5mL 硝酸(4.1)和 2mL 高氟酸(4.3)继续消解，直到冒浓厚白烟将尽(注意：切不可蒸至干涸)。取下稍冷，加 20mL 硝酸溶液(4.5)温热溶解残渣，移入 100mL 容量瓶中，用硝酸(4.5)稀释至标线。

7.1.3 空白的制备

将去离子水通过滤膜(4.9)过滤，得到的滤液用硝酸(4.1)酸化至 pH1~2 之间，该滤液即为空白。如果试样经消解处理则空白也同样需经消解处理(7.1.2)。

7.2 校准和测定

7.2.1 参照(5.2)提供的仪器操作参数调节仪器至最佳工作状态。吸入空白，工作标准溶液、试样，记录各自的吸光度。

7.2.2 用测得的工作标准溶液的吸光度与其相对应的浓度绘制校准曲线。根据扣除空白吸光度后的试样吸光度，在校准曲线上查出试样中钡的浓度。

注：装有内部存储器的仪器，一般输入 3 个工作标准浓度，存入一条标准曲线，测定试样时可直接读出浓度。

7.3 验证试验

验证试验目的是检验试样中是否存在不可忽略的基体干扰或背景吸收。

7.3.1 测定加标回收率来判断基体干扰的程度。如果存在基体干扰，则用标准加入法进行试样测定并计算结果。此外也可使用样品稀释法降低或排除基体干扰。

注：标准加入法：分别吸取等量的待测试样溶液四份，配制总体积相同的四份溶液。(1)份不加标准溶液；(2)(3)(4)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 的浓度应约等于 0.5 倍量的试样浓度即 $C_0 \approx 0.5 C_x$ 。用空白溶液调零，在相同测定条件下依次测定吸光度，用加入标准溶液浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线，曲线反方向延伸与浓度轴的交点即为试样溶液中待测元素的浓度。该方法只适用于浓度和吸光度成线性的区域。

7.3.2 采用仪器背景校正装置或非吸收线背景校正判断背景吸收的大小并进行校正。

用作背景校正的非吸收线可采用 553.3nm (钼)。此外也可使用样品稀释法降低或排除背景吸收。

8 结果计算

样品中钡(可滤性的)浓度按下式计算：

$$C(\text{Ba, mg/L}) = f \cdot C$$

式中：f—稀释比 [定容体积 (mL) / 样品体积 (mL)]；

C—校准曲线法：由校准曲线查得的试样中钡浓度，mg/L。或标准加入法：外延标准加入法的校准曲线与横坐标(浓度坐标)相交，相应于原点至交点的距离即为被测试样中的钡浓度。

9 精密度

本方法的重复性和再现性统计结果如下：

元素	实验室 数目	质控样品 配制浓度 mg/L	测定值平均值 mg/L	重复性 标准偏差 mg/L	重复性 变异系数 mg/L	再现性 标准偏差 mg/L	再现性 变异系数 mg/L
Ba	6	200	201.3	1.72	0.85	2.13	1.06

10 参考文献

GB/T 15506-1995。