

HZ-HJ-SZ-0087

水质—钒的测定—石墨炉原子吸收分光光度法

1 范围

本方法规定了测定废水中钒的石墨炉原子吸收分光光度法。

本方法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 0.05~1.0mg/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 1mg/L，而铅、钼的浓度超过 300mg/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 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)： $\rho=1.42\text{g/mL}$ ，优级纯。

3.2 硝酸(HNO₃)： $\rho=1.42\text{g/mL}$ ，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：1.0000g/L。称取偏钒酸铵(3.7)2.2960g (精确至 0.0002g)，用 5mL 硝酸(3.1)溶解，必要时加热，直到完全溶解，用水稀释至 1000mL。

3.9 钒标准使用液：1.00mg/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。

5 试样制备

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：未经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 1000mL 样品中加入 2mL 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 操作步骤

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 10mL 试样按 7.1.2 步骤测定。若样品需消解，混匀后取 100.0mL 实验室样品置于 200mL 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 50~200mL，加入 5~10mL 硝酸(3.1)，在电热板上加热煮沸，蒸发至 1mL 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 20mL 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 50mL 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 100.0mL 硝酸溶液 (3.6) 代替试样，置于 200mL 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 10mL 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 10mL，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	2.00	4.00	6.00	8.00	10.0
工作标准溶液浓度, mg/L	0	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	2800~2800	5
清洗	2900~2900	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 结果计算

钒的浓度按下式计算：

$$c = m/V$$

式中：c—试样中钒的浓度，mg/L (或 μg/mL)；

m—试料中钒的量，μg；

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

10 参考文献

GB/T 14673-1993。