

**F-HZ-HJ-SZ-ISO-034**

**水质—无机元素的测定—硝酸消解法**

**1 适用范围**

本方法是用硝酸作消化试剂从水样中提取痕量元素。本法适用于各类水，其中水中悬浮颗粒物质量浓度小于 20g/L，总有机碳浓度（以碳表示）小于 5g/L。

硝酸消化适用于释放水样中 Al、As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Hg、K、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、P、Pb、Se、Sr、Ti、V、Zn，不适用于释放 Sb、Sn，不适用于耐火化合物（如 SiO<sub>2</sub>、TiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）的消化。

**2 原理概要**

试样在一定温度下用硝酸消化，温度至少在沸点温度，最高在 175℃，在沸点温度的最短消化时间为 120min，最长消化时间为最短消化时间的四倍。通过对流，最短消化时间和最长消化时间在温度到沸点温度以上后，温度每升高 15℃即减半。

**3 主要仪器和试剂**

**3.1 仪器**

消化容器，蒸汽回收装置，挥发组分捕集器，加热装置，滤纸，防沸颗粒剂或粗糙玻璃珠，容量瓶，吸移管。

**3.2 主要试剂**

所用试剂均为分析纯。水要用 ISO 3696 中所述的一级水。

15.8mol/L 的磷酸，防沫剂（如正十二烷），氨溶液。

**4 过程简述**

**4.1 采样**

参照 ISO 5667-3 处理和保存样品。

从充分振摇的均一的水样中取出 25.0 ± 0.1mL 做消化。

**4.2 准备**

酸洗消化装置。在消化容器中加入 25.0 ± 0.1mL 试样，加入 6.25 ± 0.1mL 硝酸，此混合物的沸点为 103℃，等待可观察到的反应停止。

**4.3 消化**

**4.3.1 在开放系统中消化**

将消化容器连接到回收装置上，连接挥发组分捕集器。将消化容器放到加热装置中，升温至沸点，保持沸腾至少 120min。消化完成后，将消化容器冷却。

**4.3.2 在封闭系统中消化**

将消化容器加盖，称重。将消化容器放到加热装置中，缓慢升温至沸点与 175℃ 之间的温度 T<sub>d</sub>。消化完成后，将消化容器冷却。称量消化容器重量，在通风橱中打开盖子，通气。

**4.4 样品转移**

将样品慢慢的倒入一酸洗过的容量瓶中，用水洗消化容器，把洗液倒入容量瓶中。定容，待分析。

**5 来源**

国际标准化组织，ISO 15587-2：2002（E）