



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 673-2013

代替GB/T 14673-1993

水质 钒的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

Water quality- Determination of vanadium by graphite furnace atomic
absorption spectrometric method

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2013-11-21发布

2014-02-01实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言	ii
1 适用范围	1
2 方法原理	1
3 干扰和消除	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	1
6 样品	2
7 分析步骤	2
8 结果计算	3
9 精密度和准确度	3
10 质量保证和质量控制	4
11 废弃物处置	4

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，规范水中钒监测方法，修订本标准。

本标准规定了测定水和废水中钒的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中钒的测定。

本标准是对《水质 钒的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(GB/T 14673-1993)的修订。本标准首次发布于1993年。原标准主要起草单位：上海市环境监测中心。本次为第一次修订。

主要修订内容如下：

——增加了本标准方法抗干扰的常见元素及浓度相关内容；

——修改了钒的检出限和测定下限；

——对原标准中文字表达方式及标准格式进行了改写。

自本标准实施之日起，《水质 钒的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》(GB/T 14673-1993)废止。

本标准由国家环境保护部科技标准司组织修订。

本标准主要起草单位：国家环境分析测试中心。

参加本标准验证的单位有：国家环境分析测试中心，北京理化测试中心，黑龙江省环境监测中心，哈尔滨市环境监测中心，广西省环境监测中心，银川市环境监测中心。

本标准环境保护部2013年11月21日批准。

本标准自2014年2月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 钒的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定水和废水中钒的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中钒的测定。

本方法检出限为0.003 mg/L，测定下限为0.012 mg/L，测定上限为0.200mg/L。

2 方法原理

样品经适当处理后，注入石墨炉原子化器。试样所含钒离子在石墨管内经过原子化，高温解离为原子蒸气。待测元素钒的基态原子吸收来自钒元素空心阴极灯发出的共振谱线能量，其吸光度在一定范围内与其浓度成正比。

3 干扰和消除

地表水、地下水中常见共存组分对钒的测定不产生干扰。

工业废水中的共存离子和化合物在常见浓度下不干扰测定。当废水中含有 0.040 mg/L 的钒时，10000 mg/L 的 Cl，300 mg/L 的 Fe，100 mg/L 的 Co、Zn、Mn、K、Na、Ca、Mg、Sb、Bi、Pb，10.0 mg/L 的 Ni、Cu、Cr、Cd、As、Ag 对测定结果无影响。

4 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

4.1 硝酸（HNO₃）：ρ=1.42 g/mL，优级纯。

4.2 偏钒酸铵（NH₄VO₃）：光谱纯。

4.3 硝酸溶液：1+1。用硝酸（4.1）配制。

4.4 硝酸溶液：0.2+99.8。用硝酸（4.1）配制。

4.5 钒标准贮备液：ρ=1000 mg/L。

称取偏钒酸铵（4.2）2.2960g（准确至0.0001g），用5mL硝酸（4.1）溶解，必要时加热，直至完全溶解，用水定容至1000mL。或购买有证标准样品。

4.6 钒标准使用液：ρ=0.200 mg/L。

用硝酸溶液（4.4）逐级稀释钒标准贮备液（4.5）配制。

4.7 氩气，纯度不低于99.99%。

5 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准A级玻璃量器。

5.1 石墨炉原子吸收分光光度计，具有背景校正功能。

5.2 热解涂层石墨管。

5.3 钒空心阴极灯。

5.4 一般实验室常用仪器和常用玻璃器皿。

6 样品

6.1 样品的采集和保存

用聚乙烯塑料瓶采集样品。采样时先将聚乙烯塑料瓶润洗3次。测定钒总量时，样品采集后立即加入硝酸（4.3）调节pH<2。测定溶解性钒时，样品采集后尽快用0.45μm滤膜过滤，滤液用硝酸（4.3）调节pH<2后保存于聚乙烯塑料瓶中。酸化样品常温下可保存三个月。

6.2 试样的制备

6.2.1 溶解性钒：样品经0.45μm滤膜过滤。

6.2.2 总钒

取混合均匀的水样50mL于200mL三角瓶中，加入5.0mL硝酸（4.1）后放于电热板上加热煮沸，蒸发至1mL左右。若试液混浊且颜色较深时，再补加硝酸（4.1）5mL继续消解，直至溶液透明。试样近干时，从电热板上取下稍冷，全部转移至50mL容量瓶中，用硝酸溶液（4.4）定容，混匀后上机测定。如果消解试样有沉淀，可用中速滤纸过滤后定容至50mL。

6.3 空白试样的制备

用水代替试样，采用和试样制备相同的步骤和试剂，制备全程序空白试样。每批样品至少制备2个。取2个空白试样浓度的平均值参与结果计算。

7 分析步骤

7.1 仪器的调试

可根据仪器使用说明书选择测量参数。表1、表2列出了仪器参考测量参数。

表1 仪器参考测量条件

元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	狭缝 (nm)
V	318.4	12.5	1.3

表2 参考升温程序

升温阶段	温度 (°C)	时间 (s)
干燥	80~140	20
灰化	900	20
原子化	2700	6
清除	2800	4

7.2 校准

在10mL容量瓶中分别加入0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.0 mL钒标准使用液(4.6.3), 用硝酸溶液(4.4)定容至刻度。其浓度分别为0, 40.0, 80.0, 120, 160, 200 $\mu\text{g/L}$ 。取20 μL 标准系列溶液样品, 按(7.1)设定的仪器参数由低浓度到高浓度依次测量吸光度。

以钒标准溶液浓度($\mu\text{g/L}$)为横坐标, 吸光度测量值为纵坐标建立校准曲线。用线性回归分析方法求得其斜率用于样品含量计算。

7.3 样品测定

取20 μL 试样, 按与(7.2)相同条件测量吸光度。由吸光度值从校准曲线回归方程求得钒含量。钒含量超出校准曲线测定范围时, 可将水样稀释后测定。

8 结果计算

8.1 结果计算

水样中钒的浓度按下式计算:

$$\rho = k \times \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1}{V \times 1000}$$

式中, ρ ——水样中钒的浓度, mg/L ;

k ——水样稀释倍数;

ρ_1 ——从校准曲线回归方程求得的试液中钒浓度, $\mu\text{g/L}$;

ρ_0 ——从校准曲线回归方程求得的样品空白中钒浓度, $\mu\text{g/L}$;

V_1 ——水样测量前定容体积, mL ;

V ——水样取样体积, mL 。

8.2 结果表示

结果需注明样品测试项目是溶解性钒还是钒总量。当结果大于1 mg/L 时计算结果取3位有效数字, 当结果小于1 mg/L 时, 小数点后数字最多保留到第3位。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

六家实验室分别对质量浓度为18.5 $\mu\text{g/L}$ 、58.0 $\mu\text{g/L}$ 、143 $\mu\text{g/L}$ 的统一含钒工业废水样品进行了测定。实验室内相对标准偏差分别为1.30~4.11(%), 0.59~2.42(%), 0.40~2.06(%); 实验室间相对标准偏差分别为7.03%, 4.02%, 7.69%。重复性限分别为1.4 $\mu\text{g/L}$ 、2.3 $\mu\text{g/L}$ 和 4.9 $\mu\text{g/L}$ 。再现性限分别为3.6 $\mu\text{g/L}$ 、6.5 $\mu\text{g/L}$ 和31 $\mu\text{g/L}$ 。

9.2 准确度

六家实验室对质量浓度为233 \pm 11($\mu\text{g/L}$)的有证钒标准样品进行测定, 相对误差结果范围为-0.07~2.65 (%)。

六家实验室对地表水样品进行了加标回收率实验, 加标浓度为10.0 $\mu\text{g/L}$ 时, 加标回收率范围为94.1%~102(%); 加标回收率最终值为98.1 \pm 4.6 (%)。对总钒质量浓度分别为18.5 $\mu\text{g/L}$ 、58.0 $\mu\text{g/L}$ 的工业废水样品进行了加标分析测定, 加标浓度分别为20.0 $\mu\text{g/L}$ 、80.0 $\mu\text{g/L}$, 加标回

收率结果范围分别为94.6~103(%); 93.6~104.0(%); 加标回收率最终值分别为 98.7 ± 5.6 (%), 99.5 ± 5.6 (%)。

10 质量保证和质量控制

10.1 实验室常用玻璃器皿均需经硝酸(4.3)浸泡 24 小时后, 用水洗净后备用。

10.1 每分析一批水样 (≤ 10 个), 应做两个实验室试剂空白。如果空白样品响应值高, 应仔细查找原因, 消除空白值偏高的因素。

10.2 每分析同一类样品应有一个样品加标实验, 以判断是否存在基体干扰。回收率质控指标在 90~110 (%) 之间。不同来源的样品均应考虑加做样品加标实验。

10.3 每分析一批 (≤ 10) 样品应有一个平行样。数量较多时, 应按 10%比例选取平行样个数。平行样结果的偏差应小于重复性限。

10.4 每测量 10 个样品应测量一个校准曲线校核点 (取校准曲线中间浓度), 与其浓度标示值进行比较, 其相对偏差应在 10%以内。如校核样品测定结果超过此范围, 应重新测量、制作校准曲线, 并对已测量过的样品进行复查。

10.5 每次制作的校准曲线回归方程的相关系数应大于 0.999。

11 废弃物处置

实验中产生的废液应调至碱性, 并加入硫化钠固定后保存, 定期送至有资质的单位进行处理。