

前 言

为配合《污水综合排放标准》(GB 8978—1996)的实施,制定本标准。

本标准为首次制定。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准由国家环境保护总局负责解释。

国家环境保护总局标准

水质 铍的测定

HJ/T 59—2000

石墨炉原子吸收分光光度法

Water quality—Determination of beryllium-Graphite
furnace atomic absorption spectrophotometry

1 范围

本标准规定了测定铍的石墨炉原子吸收分光光度法。适用于地表水和污水中铍的测定。

本标准的检出限为 $0.02\mu\text{g/L}$ ；在本标准规定的条件下，测定范围为 $0.2\sim 0.5\mu\text{g/L}$ 。下述阳离子对本方法有不同程度的干扰，其允许存在的浓度 (mg/L) 分别为： K^+ 700, Na^+ 1600, Mg^{2+} 700, Ca^{2+} 80, Mn^{2+} 100, Cr^{6+} 50, Fe^{3+} 5。

2 原理

铍在热解石墨炉中被加热原子化，成为基态原子蒸汽，对空心阴极灯发射的特征辐射进行选择吸收。在一定浓度范围内，其吸收强度与试液中铍的含量成正比。

3 试剂

除另有说明，测定时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂，去离子水或同等纯度的水。

- 3.1 硫酸 (H_2SO_4)， $\rho=1.84\text{g/mL}$ ，优级纯。
- 3.2 硝酸 (HNO_3)， $\rho=1.40\text{g/mL}$ 。
- 3.3 硫酸溶液，1+1：将硫酸 (3.1) 和水等体积混合。
- 3.4 硝酸溶液，1+9：将 1 体积硝酸 (3.2) 和 9 体积水混合。
- 3.5 铍标准储备液， 0.100mg/mL ：称取 0.1966g 四水合硫酸铍 ($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)，准确至 $\pm 0.0002\text{g}$ ，置于小烧杯中用水溶解，然后移入 100mL 容量瓶中，加入 1.0mL 硫酸溶液 (3.3)，用水稀释至标线，摇匀。
- 3.6 铍标准中间液， $5.00\mu\text{g/mL}$ ：准确移取铍标准储备液 (3.5) 5.00mL 至 100mL 容量瓶中，加入 0.4mL 硫酸溶液 (3.3)，用水稀释至标线，摇匀。
- 3.7 铍标准使用液， $0.10\mu\text{g/mL}$ ：准确移取铍标准中间液 (3.6) 2.00mL 至 100mL 容量瓶中，加入 0.4mL 硫酸溶液 (3.3)，用水稀释至标线，摇匀。
- 3.8 铝溶液， 10mg/mL ：溶解 13.9g 硝酸铝 [$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] 于水中，定容至 100mL 。

4 仪器

- 4.1 一般实验室仪器。
- 4.2 石墨炉原子吸收分光光度计 (带有背景扣除装置)。
- 4.3 铍空心阴极灯。
- 4.4 热解石墨管。
- 4.5 仪器工作条件：不同型号的仪器最佳测试条件不同，可根据使用说明书自行选择。本标准通常采用

国家环境保护总局 2000-12-07 批准

2001-03-01 实施

的测量条件见表 1。

表 1 仪器使用参数

| 测定元素 | 铍(Be) |
|--------------|-----------|
| 测定波长(nm) | 234.9 |
| 通带宽度(nm) | 1.3 |
| 灯电流(mA) | 12.5 |
| 干燥(°C,s) | 80~120,20 |
| 灰化(°C,s) | 800,20 |
| 原子化(°C,s) | 2 600,5 |
| 清除(°C,s) | 2 800,3 |
| 氩气流量(mL/min) | 200 |
| 进样量(μL) | 20 |

5 样品采集

- 5.1 采样前,将所用的聚乙烯瓶用洗涤剂洗净,再用 10%硝酸溶液(3.4)荡洗,最后用水冲洗干净。
 5.2 需测定铍的总量时,样品采集后立即加入硫酸(3.1),使样品 pH 为 1~2。
 5.3 需测定可滤态铍时,采样后尽快用 0.45μm 滤膜过滤,然后按(5.2)酸化。

6 分析步骤

6.1 试液的制备

清洁水样和一般污水可直接进行分析。取适量含铍样品($Be \leq 0.05 \mu\text{g}$)置于 10mL 比色管中,加入铝溶液(3.8)0.5mL,硫酸溶液(3.3)0.2mL,用水稀释至标线,摇匀备测。

6.2 测定

按照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作条件,测定试液的吸光度。

6.3 空白试验

用水代替试样,采用和(6.1)相同的步骤和试剂,制备全程序空白溶液,并按(6.2)进行测定。

6.4 校准曲线

准确移取铍标准使用液(3.7)0.00、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50mL 于 10mL 比色管中,以下操作同(6.1),配制成铍含量为 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0μg/L 的标准溶液系列。然后按照(6.2)的条件由低到高顺次测定标准溶液系列的吸光度。

用减去空白溶液吸收值的吸光度与相对应的元素含量(μg/L)绘制铍的校准曲线。

7 结果的表示

水样中铍的含量 $c(\mu\text{g/L})$ 按式(1)计算:

$$c = c' \frac{10}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——水样中铍的含量,μg/L;

c' ——由校准曲线上查得的含铍浓度,μg/L;

10——定容体积,mL;

V ——取样体积,mL。

8 精密度和准确度

六个实验室分析含铍为 $(4.79 \pm 1.05) \mu\text{g/L}$ 和 $(9.58 \pm 1.05) \mu\text{g/L}$ 两个浓度水平的统一样品,经数理统计,测定平均值分别为4.92和9.08 $\mu\text{g/L}$;室内相对标准偏差(重现性相对标准偏差)均为4.1%;室间相对标准偏差(再现性相对标准偏差)为11.4%和5.5%;相对误差分别为+2.7%和-5.2%。

本标准同样适用于含铍为0~39.5 $\mu\text{g/L}$ 的地表水、实际污水样品的分析,其相对标准偏差为1.4%~7.7%;加标回收率在94%~113%之间。

9 注意事项

石墨炉在使用过程中基线漂移较大,为了减少测定误差,测定过程中要适时用标准溶液进行校正。
