



中华人民共和国国家标准

GB/T 39306—2020

再生水水质 总砷的测定 原子荧光光谱法

Reclaimed water quality—Determination of total arsenic—
Atomic fluorescence spectrometry

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:河南清水源科技股份有限公司、广州特种承压设备检测研究院、北京理工大学珠海学院、华测检测认证集团股份有限公司、蓝保(厦门)水处理科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、湖南得成检测有限公司、北京海光仪器有限公司、浙江水知音检测有限公司、南京大学。

本标准主要起草人:王志清、杜玉辉、王磊、刘文秋、王志巍、白莹、欧阳承文、刘海涛、胡磊、李侃。



再生水水质 总砷的测定

原子荧光光谱法

警告——本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。

1 范围

本标准规定了再生水中总砷含量的测定方法——原子荧光光谱法。

本标准适用于再生水中总砷含量为 $0.1\ \mu\text{g/L}$ ~ $50\ \mu\text{g/L}$ 的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样经加酸消解处理后,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷,再加入硼氢化钾使所有三价砷进一步还原生成砷化氢,由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷,在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测溶液中的砷浓度成正比,由此测得水样中的总砷含量。

4 试剂或材料

4.1 本标准所用试剂和水,除非另有规定,均使用优级纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.2 试验中所需杂质测定用标准溶液,在没有注明其他要求时,按 GB/T 602 规定制备或使用市售溶液。

4.3 盐酸。

4.4 硝酸。

4.5 盐酸溶液:1+19。

4.6 硝酸溶液:1+4。

4.7 硫脲-抗坏血酸溶液:100 g/L。分别称取 50.0 g 硫脲(分析纯)和 50.0 g 抗坏血酸(分析纯)置于 500 mL 烧杯中,加水溶解并稀释至 500 mL。

4.8 硼氢化钾-氢氧化钠溶液:称取 2.0 g 氢氧化钠(分析纯)和 10.0 g 硼氢化钾(分析纯)于聚乙烯烧杯中,用水溶解并稀释至 1 000 mL,此溶液现用现配。

4.9 砷标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

4.10 砷标准溶液:0.1 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 10.00 mL 砷标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液 1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 盐酸,用水

稀释至刻度,混匀。此溶液现用现配。

5 仪器设备

原子荧光光谱仪:配有砷空心阴极灯。

6 采样

6.1 采样容器应为聚乙烯瓶或聚丙烯瓶。

6.2 样品采集后,应立即加入盐酸酸化,防止碳酸钙沉淀。通常每升水样加入 8 mL 盐酸可以满足。当水样中悬浮物较多时,可用中速定量滤纸过滤,滤液贮于聚乙烯瓶内(4 ℃条件下可放置两周)。

7 试验步骤

7.1 玻璃仪器的预清洗

实验所用玻璃器皿使用前应于硝酸溶液浸泡 24 h,然后用水冲洗干净备用。

7.2 校准曲线的绘制

7.2.1 分别移取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液于六个 50 mL 容量瓶中,分别加入 2.5 mL 盐酸,2.5 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0 μg/L、4 μg/L、8 μg/L、12 μg/L、16 μg/L、20 μg/L。

7.2.2 仪器稳定后,以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂,以盐酸溶液为载体溶液,在仪器最佳工作条件下测定其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标,相对应的砷的质量浓度(μg/L)为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

注:使用原子荧光光谱仪测定时,所需的硼氢化钾溶液浓度、载体溶液浓度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的 pH 值等会因仪器的型号不同而有差异,使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

7.3 样品的测定

7.3.1 用移液管量取适量的水样(6.2)或稀释水样(根据原子荧光光谱仪的元素校准曲线范围来确定)置于 150 mL 烧杯。加入 5.0 mL 硝酸,补水至溶液体积约为 30 mL。盖上表面皿煮沸约 1 min。冷却后转移至 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 盐酸,5 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 30 min。

7.3.2 按 7.2.2 的步骤测定上述溶液的荧光强度。由校准曲线查得或回归方程计算出砷的质量浓度。

8 结果计算

砷含量以质量浓度 ρ 计,数值以 μg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{\rho_0 V f}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_0 ——由校准曲线查得或回归方程计算出的砷的质量浓度的数值,单位为微克每升(μg/L);

V ——测定时水样定容的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=100$);

f ——第 6 章中酸化后水样体积(mL)与所采集水样体积(mL)之比;

V_0 ——测定时移取水样体积的数值,单位为毫升(mL)。

9 允许差

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算数平均值的 10%。

