



中华人民共和国国家标准

GB/T□□□□□-20□□

代替 GB/T 14673—93

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

(征求意见稿)

200×-××-××发布

200×-××-××实施

国家质量监督检验检疫总局
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 试剂和材料	1
4 仪器和设备	1
5 样品	2
6 分析步骤.....	2
7 结果计算.....	3
8 精密度和准确度.....	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，制定本标准。

本标准规定了测定废水中钒的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准首次发布于 1993 年。原标准起草单位是上海市环境保护监测中心。本次为首次修订。本次修订的主要内容如下：

- 增加了可能干扰钒测定的元素及浓度；
- 修改了测定范围；
- 对原标准中文字表达方式及标准格式进行了改写；
- 修改了计算公式。

自本标准实施之日起，原国家环境保护局 1993 年 9 月 18 日批准、发布的国家环境保护标准《水质 钒的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》（GB/T 14963-93）废止。

本标准由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。

本标准自 20□□年□□月□□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

本标准规定了测定工业废水中钒的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准适用于工业废水中钒的测定。

本标准测定范围 0.01~0.2 mg/L。当钒含量过高时可将水样稀释后进行测定。

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，钒的吸收强度在一定范围内与其浓度成正比。将测得的试样吸光度同标准溶液的吸光度进行比较，可确定试样中元素钒的含量。

3 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯化学试剂；实验用水为无氨的蒸馏水或去离子水。

3.1 硝酸（HNO₃）：ρ=1.42 g/mL，优级纯；

3.2 载气：氩气，纯度不低于99.99%；

3.3 硝酸溶液：1+1。用硝酸（3.1）配制；

3.4 硝酸溶液：1+499。用硝酸（3.1）配制；

3.5 偏钒酸铵（NH₄VO₃）：光谱纯；

3.6 钒标准溶液

3.6.1 购买具有国家标准物质编号的商品化钒标准溶液；

3.6.2 钒标准贮备液：ρ=1000 mg/L。称取偏钒酸铵（3.5）2.2960g（精确至0.0001g），用5mL硝酸（3.1）溶解。必要时加热，直至完全溶解。用去离子水定容至1.00 L。

3.6.3 钒标准使用液：ρ=0.100 mg/L。用硝酸溶液（3.4）逐级稀释钒标准贮备液（3.6.2）配制。

4 仪器和设备

除非另有说明，分析时均适用符合国家标准的A级玻璃仪器。

4.1 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。推荐采用塞曼扣背景方式。

4.2 钒空心阴极灯。

4.3 实验室常用玻璃器皿：经硝酸（3.3）浸泡24小时后，用去离子水洗净后备用。

5 样品

5.1 样品的采集和保存

5.1.1 测定溶解性钒时，样品采集后立即用0.45 μ m滤膜过滤，滤液用硝酸（3.3）调节pH<1后用聚乙烯塑料瓶进行保存。

5.1.2 测定钒总量时，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，样品采集后立即加入硝酸（3.3）调节pH<1后进行保存。酸化样品常温下可保存三个月。

5.2 试样的制备

5.2.1 测定溶解性钒：样品经0.45 μ m滤膜过滤后直接用原子吸收分光光度计进行测定。

5.2.2 测定钒总量：

5.2.2.1 不需要消解的样品：取适量的水样直接用原子吸收分光光度计进行测定。

5.2.2.2 需要消解的样品：取混合均匀的废水样品50.0mL于200mL三角瓶中，加入5.0mL硝酸（3.1）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（3.1）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，用去离子水定容至50.0mL上机测定。如果消解试样有沉淀，可用定量滤纸过滤后定容至50.0mL。

5.3 样品空白的制备

用去离子水代替试样，采用和试样制备相同的步骤和试剂，制备全程序空白溶液。每批样品至少制备2个以上空白溶液。

6 分析步骤

6.1 仪器参数

不同型号仪器的最佳测定条件不同。本标准使用者可根据仪器使用说明书自行选择、调整。制定本标准时采用了表1、表2列出的仪器参数。

表1 仪器测量条件

元素	波长（nm）	灯电流（mA）	狭缝（nm）
----	--------	---------	--------

V	318.4	12.5	1.3
---	-------	------	-----

表2 升温程序

升温阶段	温度 (°C)	时间 (s)
干燥	80~200	20
灰化	900	20
原子化	2700	6
清除	2800	4

6.2 校准曲线

参照表3，在10mL容量瓶中加入不同体积钒标准使用液（3.6.3），用去离子水定容至刻线。按（6.1）设定的仪器参数由低浓度到高浓度依次测量标准溶液吸光度。

表3 标准溶液浓度序列的配制

钒标准溶液（3.6.3） 加入体积（mL）	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.0
校准曲线标准溶液浓度 （μg/L）	0.00	20.0	40.0	60.0	80.0	100

以钒校准曲线标准溶液浓度（μg/L）作为自变量，吸光度测量值为因变量计算线性回归方程斜率和截距。

6.3 样品测定

取适量试液，并按与 6.2 相同条件测量试液吸光度。由吸光度值从校准曲线回归方程求得钒含量。每测量10个样品要进行一次仪器零点校正，并吸入60.0μg/L 的标准溶液检查吸光度是否发生了变化。当钒含量过高时可将水样稀释后进行测定。

7 结果计算

水样中钒的浓度按下式计算：

$$\rho = n \times (c_1 - c_0)$$

式中， ρ ——水样中钒的浓度，μg/L；

n ——水样稀释倍数；

c_1 ——从校准曲线回归方程求得的试液中钒浓度，μg/L；

c_0 ——从校准曲线回归方程求得的样品空白中钒浓度， $\mu\text{g/L}$ 。

结果报告中，要注明样品测试项目是溶解性钒还是钒总量。

8 精密度和准确度

6个实验室测定统一分发含钒 1.043mg/L 标准样品，其分析结果如下：

8.1 重复性

实验室内相对标准偏差为 3.6% 。

8.2 再现性

实验室间相对标准偏差为 4.8% 。

8.3 准确度

加标回收率为 99.1% 。

9 注意事项

当废水中含有 0.040 mg/L 的钒时， 100 mg/L 的Co、Zn、Mn、Fe、K、Na、Ca、Mg， 10.0 mg/L 的Ni、Cu、Cr、Cd、As、Pb、Ag对测定结果无影响。当Pb、Mo含量超过 300 mg/L ，Fe的浓度超过 200 mg/L ，As、Sb、Bi的浓度超过 100 mg/L ，硝酸的浓度超过 $6\%(\text{V/V})$ 时，将会抑制钒的吸收，导致 1.0 mg/L 钒的测定结果偏低。
