

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 59—2000

水质 铍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

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

2000-12-07 发布

2001-03-01 实施

国家环境保护总局 发布

前 言

为配合《污水综合排放标准》(GB 8978—1996)的实施,制订本标准。

本标准为首次制订。

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 石墨炉原子吸收分光光度法

HJ/T 59—2000

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性吸收。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， 0.100 mg/ml ：

称取 0.1966 g 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 100 ml 容量瓶中，加入 1.0 ml 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) 5.00 ml 至 100 ml 容量瓶中，加入 0.4 ml 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) 2.00 ml 至 100 ml 容量瓶中，加入 0.4 ml 硫酸溶液 (3.3)，用水稀释至标线，摇匀。

3.8 铝溶液， 10 mg/ml ：

溶解 13.9 g 硝酸铝 [$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] 于水中，定容至 100 ml 。

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 0.45 μm 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 ($\text{Be} \leq 0.05 \mu\text{g}$) 置于 10 ml 比色管中，加入铝溶液（3.8）0.5 ml，硫酸溶液（3.3）0.2 ml，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, 0.50 ml 于 10 ml 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, 5.0 μg/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 (μg/L) 按下式计算：

$$c=c'\frac{10}{V}$$

式中： c ——水样中铍的含量 ($\mu\text{g/L}$)；

c' ——由校准曲线上查得的含铍浓度 ($\mu\text{g/L}$)；

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 $0\sim 39.5\ \mu\text{g/L}$ 的地表水、实际污水样品的分析，其相对标准偏差为 $1.4\%\sim 7.7\%$ ；加标回收率在 $94\%\sim 113\%$ 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。