

中华人民共和国国家标准

水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB 11911—89

Water quality—Determination of iron and manganese—
Flame atomic absorption spectrometric method

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了用火焰原子吸收法直接测定水和废水中的铁、锰,操作简便、快速而准确。

1.2 适用范围

本标准适用于地面水、地下水及工业废水中铁、锰的测定。铁、锰的检测限分别是 0.03 mg/L 和 0.01 mg/L,校准曲线的浓度范围分别为 0.1~5 mg/L 和 0.05~3 mg/L。

2 原理

将样品或消解处理过的样品直接吸入火焰中,铁、锰的化合物易于原子化,可分别于 248.3 nm 和 279.5 nm 处测量铁、锰基态原子对其空心阴极灯特征辐射的吸收。在一定条件下,根据吸光度与待测样品中金属浓度成正比。

3 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和去离子水或同等纯度的水。

3.1 硝酸(HNO₃), $\rho=1.42$ g/mL,优级纯。

3.2 硝酸(HNO₃), $\rho=1.42$ g/mL,分析纯。

3.3 盐酸(HCl), $\rho=1.19$ g/mL,优级纯。

3.4 硝酸溶液,1+1:用硝酸(3.2)配制。

3.5 硝酸溶液,1+99:用硝酸(3.1)配制。

3.6 盐酸溶液,1+99:用盐酸(3.3)配制。

3.7 盐酸溶液,1+1:用盐酸(3.3)配制。

3.8 氯化钙溶液,10 g/L:将无水氯化钙(CaCl₂)2.7750 g 溶于水并稀释至 100 mL。

3.9 铁标准贮备液:称取光谱纯金属铁 1.000 0 g(准确到 0.000 1 g),用 60 mL 盐酸溶液(3.7)溶解,用去离子水准确稀释至 1 000 mL。

3.10 锰标准贮备液:称取 1.000 0 g 光谱纯金属锰,准确到 0.000 1 g(称前用稀硫酸洗去表面氧化物,再用去离子水洗去酸,烘干,在干燥器中冷却后,尽快称取),用 10 mL 硝酸溶液(3.4)溶解。当锰完全溶解后,用盐酸溶液(3.6)准确稀释至 1 000 mL。

3.11 铁、锰混合标准操作液:分别移取铁贮备液(3.9)50.00 mL,锰贮备液(3.10)25.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.6)稀释至标线,摇匀。此溶液中铁、锰的浓度分别为 50.0 mg/L 和

25.0 mg/L。

4 仪器

- 4.1 原子吸收分光光度计。
- 4.2 铁、锰空心阴极灯。
- 4.3 乙炔钢瓶或乙炔发生器。
- 4.4 空气压缩机,应备有除水、除油、除尘装置。
- 4.5 仪器工作条件,不同型号仪器的最佳测试条件不同;可参照仪器说明书自行选择。
- 4.6 一般实验室仪器,所用玻璃及塑料器皿用前在硝酸溶液(3.4)中浸泡 24 h 以上,然后用水清洗干净。

5 样品

- 5.1 采样前,所用聚乙烯瓶先用洗涤剂洗净,再用硝酸(3.4)浸泡 24 h 以上,然后用水冲洗干净。
- 5.2 若仅测定可过滤态铁锰,样品采集后尽快通过 0.45 μm 滤膜过滤,并立即加硝酸(3.1)酸化滤液,使 pH 为 1~2。
- 5.3 测定铁、锰总量时,采集样品后立即按(5.2)的要求酸化。

6 步骤

6.1 试料

测定铁、锰总量时,样品通常需要消解。混匀后分取适量实验室样品于烧杯中。每 100 mL 水样加 5 mL 硝酸(3.1),置于电热板上在近沸状态下将样品蒸至近干,冷却后再加入硝酸(3.1)重复上述步骤一次。必要时再加入硝酸(3.1)或高氯酸,直至消解完全,应蒸近干,加盐酸(3.6)溶解残渣,若有沉淀,用定量滤纸滤入 50 mL 容量瓶中,加氯化钙溶液(3.8)1 mL,以盐酸溶液(3.6)稀释至标线。

6.2 空白实验

用水代替试料做空白实验。采用相同的步骤,且与采样和测定中所用的试剂用量相同。在测定样品的同时,测定空白。

6.3 干扰

6.3.1 影响铁、锰原子吸收法准确度的主要干扰是化学干扰,当硅的浓度大于 20 mg/L 时,对铁的测定产生负干扰;当硅的浓度大于 50 mg/L 时,对锰的测定也出现负干扰,这些干扰的程度随着硅的浓度增加而增加。如试样中存在 200 mg/L 氯化钙时,上述干扰可以消除。一般来说,铁、锰的火焰原子吸收法的基体干扰不严重,由分子吸收或光散射造成的背景吸收也可忽略,但遇到高矿化度水样,有背景吸收时,应采用背景校正措施,或将水样适当稀释后再测定。

6.3.2 铁、锰的光谱线较复杂,为克服光谱干扰,应选择小的光谱通带。

6.4 校准曲线的绘制

分别取铁、锰混合标准操作液(3.11)于 50 mL 容量瓶中,用盐酸(3.6)稀释至标线,摇匀。至少应配制 5 个标准溶液,且待测元素的浓度应落在这一标准系列范围内。根据仪器说明书选择最佳参数,用盐酸溶液(3.6)调零后,在选定的条件下测量其相应的吸光度,绘制校准曲线。在测量过程中,要定期检查校准曲线。

6.5 测量

在测量标准系列溶液的同时,测量样品溶液及空白溶液的吸光度。由样品吸光度减去空白吸光度,从校准曲线上求得样品溶液中铁、锰的含量。测量可过滤态铁、锰时,用(5.2)制备的试样直接喷入进行测量。测量铁、锰总量时,用(6.1)中的试料。

7 结果的表示

实验室样品中的铁、锰浓度 C (mg/L),按下式计算:

$$C = \frac{m}{V}$$

式中: C —— 实验室样品中铁、锰浓度,mg/L;

m —— 试料中的铁、锰含量,μg;

V —— 分取水样的体积,mL。

8 精密度和准确度

13个实验室测定含铁 2.00 mg/L、含锰 1.00 mg/L 的统一样品,其重复性相对标准偏差分别为 1.00%和 0.62%;再现性相对标准偏差分别为 1.36%和 1.63%。铁的加标回收率为 93.3%~102.5%,锰的加标回收率为 94.9%~105.9%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准起草人魏复盛、曹杰山。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。