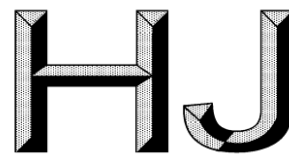


附件1



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ□□□—202□

水质 锶的测定 火焰原子吸收分光 光度法

**Water quality—Determination of strontium—Flame atomic absorption
spectrophotometry**

(征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

| | |
|-------------------|----|
| 前 言..... | ii |
| 1 适用范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 术语和定义..... | 1 |
| 4 方法原理..... | 1 |
| 5 干扰和消除..... | 2 |
| 6 试剂和材料..... | 2 |
| 7 仪器和设备..... | 3 |
| 8 样品..... | 3 |
| 9 分析步骤..... | 4 |
| 10 结果计算与表示..... | 5 |
| 11 准确度..... | 5 |
| 12 质量保证和质量控制..... | 6 |
| 13 废物处置..... | 6 |

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国水污染防治法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中锑的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水和工业废水中锑的火焰原子吸收分光光度法。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准主要起草单位：重庆市生态环境监测中心。

本标准验证单位：安徽省生态环境监测中心、湖北省生态环境监测中心站、广东省生态环境监测中心、西藏自治区生态环境监测中心、海南省生态环境监测中心、重庆市渝北区生态环境监测站、重庆市新天地环境检测技术有限公司。

本标准生态环境部202□年□□月□□日批准。

本标准自202□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 锶的测定 火焰原子吸收分光光度法

警告：硝酸和过氧化氢具有强腐蚀性和强氧化性，盐酸具有强腐蚀性和强挥发性，试剂配制和样品前处理过程应在通风橱中进行，操作时应按要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中锶的火焰原子吸收分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中可溶性锶和总锶的测定。

本标准测定可溶性锶的方法检出限为 0.04 mg/L，测定下限为 0.16 mg/L；总锶的方法检出限为 0.05 mg/L，测定下限为 0.20 mg/L。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

- HJ 91.1 污水监测技术规范
- HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范
- HJ 164 地下水环境监测技术规范
- HJ 678 水质 金属总量的消解 微波消解法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

可溶性锶 soluble strontium

未经酸化的样品经 0.45 μm 滤膜过滤后测定的锶。

3.2

总锶 total quantity of strontium

未经过滤的样品经消解后测定的锶。

4 方法原理

样品经过滤或消解后吸入空气—乙炔火焰，在高温火焰中形成的锶基态原子对锶的锐线光源或连续光源发射的波长为 460.7 nm 的特征谱线产生选择性吸收，在一定浓度范围内其吸光度值与锶的质量浓度成正比。

5 干扰和消除

5.1 电离干扰

使用空气—乙炔火焰测定锶时，被测元素在原子化过程中发生电离，使参与吸收的基态原子数减少而造成吸光度下降，测定结果偏低，可在标准溶液和试样中同时加入氯化钾溶液（6.8）消除电离干扰。

5.2 化学干扰

浓度高于 10 mg/L 的硅酸盐、5 mg/L 的磷酸盐和 1 mg/L 的铝对锶的测定产生负干扰，可加入镧盐溶液（6.9）消除干扰。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准分析纯试剂，实验用水为电导率 ≤ 0.10 mS/m（25 °C）的纯水。

6.1 硝酸（HNO₃）： $\rho=1.42$ g/ml， $w(\text{HNO}_3)=65.0\% \sim 68.0\%$ ，优级纯。

6.2 盐酸（HCl）： $\rho=1.19$ g/ml， $w(\text{HCl})=36.0\% \sim 38.0\%$ ，优级纯。

6.3 过氧化氢（H₂O₂）： $\varphi(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ 。

6.4 氯化钾（KCl）。

6.5 氧化镧（La₂O₃）。

6.6 硝酸锶（Sr(NO₃)₂）：光谱纯。

称取 5.0 g 硝酸锶于称量瓶中，在 105 °C 干燥箱中烘干 2 h，从干燥箱中取出，盖好盖子，置于干燥器中冷却并保存，备用。

6.7 硝酸溶液： $\varphi(\text{HNO}_3)=1\%$ 。

硝酸（6.1）和水按照 1:99 的体积比混合。

6.8 氯化钾溶液： $\rho(\text{KCl})=38$ g/L。

称取 3.8 g 氯化钾（6.4）溶于水中并稀释定容至 100 ml。

6.9 镧盐溶液： $\rho(\text{La}_2\text{O}_3)=58$ g/L。

称取 29 g 氧化镧（6.5）于 500 ml 烧杯中，加少量水润湿，在不断搅拌下缓缓加入 250 ml 盐酸（6.2），溶解后用水稀释定容至 500 ml。

6.10 锶标准贮备液： $\rho(\text{Sr})=1000$ mg/L。

准确称取 1.2080 g 硝酸锶（6.6），用硝酸溶液（6.7）溶解并稀释定容至 500 ml，转入聚乙烯瓶中密封，可保存 12 个月。或使用市售锶的有证标准溶液。

6.11 锶标准使用液： $\rho(\text{Sr})=25$ mg/L。

移取 5.00 ml 锶标准贮备液（6.10），用硝酸溶液（6.7）稀释定容至 200 ml，转入聚乙烯瓶中密封，可保存 3 个月。

6.12 燃气：乙炔（C₂H₂），纯度 $\geq 99.6\%$ 。

6.13 助燃气：空气，进入燃烧器前应除去其中的水、油和其他杂质。

6.14 滤膜：孔径为 0.45 μm 的水系微孔滤膜。

7 仪器和设备

- 7.1 样品瓶：250 ml 聚乙烯瓶。
- 7.2 火焰原子吸收分光光度计。
- 7.3 铈锐线光源或连续光源。
- 7.4 电热板：具温控功能（温控精度±5℃），可控温度大于 180℃。
- 7.5 微波消解仪。
- 7.6 分析天平：实际分度值 0.0001 g。
- 7.7 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品的采集

样品采集参照 HJ 91.1、HJ 91.2 和 HJ 164 的相关规定执行，可溶性铈和总铈的样品应分别采集。

8.2 样品的保存

8.2.1 可溶性铈样品

样品采集后立即用滤膜（6.14）过滤，弃去初始滤液。收集所需体积的滤液于样品瓶（7.1）中。每 100 ml 滤液加入 1 ml 硝酸（6.1）调节至 $\text{pH} \leq 2$ ，14 d 内测定。

8.2.2 总铈样品

样品采集后立即加入适量硝酸（6.1）调节至 $\text{pH} \leq 2$ ，储存于样品瓶（7.1）中，14 d 内测定。

8.3 试样的制备

8.3.1 可溶性铈试样的制备

制备方法见 8.2.1。

8.3.2 总铈试样的制备

8.3.2.1 电热板消解法

准确量取 50.0 ml 混匀的总铈样品（8.2.2）于 250 ml 烧杯或锥形瓶中，加入 2 ml~5 ml 硝酸（6.1），在电热板上加热煮沸 30 min，取下稍冷，加入 2 ml~5 ml 过氧化氢（6.3）继续加热煮沸至气泡冒尽，有机物和悬浮物消解完全，样品澄清透明。继续蒸至 10 ml 左右，取下冷却，用适量水淋洗内壁至少 3 次，转移至 50 ml 比色管中，用水稀释定容至刻度，摇匀，待测。如果消解不完全，样品颜色较深或仍有悬浮物，应补加适量硝酸和过氧化氢继续

消解。

注：在消解过程中不得将溶液蒸干。如果蒸干，应重新取样消解。

8.3.2.2 微波消解法

样品消解参照 HJ 678 的相关方法执行，准确量取 25.0 ml 混匀的总镉样品（8.2.2）于微波消解罐中，加入 2 ml 硝酸（6.1）和 1 ml 过氧化氢（6.3），观察溶液，如有大量气泡产生，置于通风橱中静置，待反应平稳后加盖旋紧，放入微波消解仪中，10 min 由室温升至 180 °C 并保持 15 min。消解完毕，冷却至室温，置于电热板上在微沸状态下加热蒸发至 5 ml 左右。取下冷却，用适量水淋洗内壁至少 3 次，转移至 25 ml 比色管中，用水稀释定容至刻度，摇匀，待测。

8.4 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（8.3）相同的步骤制备实验室空白试样。

9 分析步骤

9.1 参考测量条件

不同型号仪器的最佳测试条件不同，根据仪器操作说明书调节仪器至最佳工作状态。仪器参考测量条件见表 1。

表 1 仪器参考测量条件

| 测定波长/nm | 灯电流/mA | 通带宽度/nm | 燃烧器高度/mm | 火焰类型 |
|---------|---------|---------|----------|-----------------|
| 460.7 | 5.0~6.0 | 0.5~0.8 | 8~9 | 空气—乙炔火焰，氧化性(贫燃) |

9.2 标准曲线的建立

分别移取 0 ml, 0.25 ml, 0.50 ml, 1.00 ml, 2.00 ml, 4.00 ml 和 8.00 ml 镉标准使用液（6.11）于 25 ml 比色管中，用硝酸溶液（6.7）定容至标线，摇匀。此标准系列浓度分别为 0.00 mg/L, 0.25 mg/L, 0.50 mg/L, 1.00 mg/L, 2.00 mg/L, 4.00 mg/L 和 8.00 mg/L。向标准系列管中各加入 1.00 ml 氯化钾溶液（6.8）和 1.25 ml 镧盐溶液（6.9），混匀，待测。按照仪器参考测量条件（9.1）调节仪器至最佳工作状态，由低浓度到高浓度依次测定标准系列的吸光度，以镉的质量浓度（mg/L）为横坐标，以吸光度为纵坐标，建立标准曲线。

9.3 试样测定

准确移取试样（8.3.1 或 8.3.2.1）25.0 ml 于 25 ml 比色管中，或制备好的试样（8.3.2.2），按照与标准曲线建立相同的测量条件（9.1）和操作步骤（9.2）测定，如果测定结果超过标准曲线范围，应将试样（8.3.1 或 8.3.2.1）用硝酸溶液（6.7）稀释后重新测定；或稀释样品，按试样（8.3.2.2）制备的步骤重新制备试样进行测定。

9.4 空白试验

准确移取试样（8.4）25.0 ml 于 25 ml 比色管中，按照与标准曲线建立相同的测量条件（9.1）和操作步骤（9.2）测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

样品中锑的质量浓度 ρ (mg/L)，按照公式（1）计算。

$$\rho = \rho_1 \times D \quad (1)$$

式中： ρ ——样品中可溶性锑或总锑的质量浓度，mg/L；

ρ_1 ——由标准曲线上查得的试样中可溶性锑或总锑的质量浓度，mg/L；

D ——试样稀释倍数。

10.2 结果表示

测定结果小数点后位数的保留与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字。

11 准确度

11.1 精密度

6 个实验室分别对锑质量浓度为 0.50 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、7.00 mg/L 的统一标准样品重复测定 6 次：

实验室内相对标准偏差分别为：0.9%~2.5%、0.3%~3.7%、0.2%~1.5%、0.3%~0.9%；

实验室间相对标准偏差分别为：1.4%、2.0%、1.2%、1.3%；

重复性限分别为：0.02 mg/L、0.13 mg/L、0.13 mg/L、0.12 mg/L；

再现性限分别为：0.02 mg/L、0.13 mg/L、0.13 mg/L、0.12 mg/L。

6 个实验室分别对可溶性锑平均测定质量浓度为 0.47 mg/L、1.46 mg/L 和 1.88 mg/L 的地表水、地下水、工业废水的统一实际样品重复测定 6 次：

实验室内相对标准偏差分别为：1.1%~3.3%、0.7%~2.6%、1.1%~2.4%；

实验室间相对标准偏差分别为：4.0%、4.8%、3.6%；

重复性限分别为：0.03 mg/L、0.07 mg/L、0.10 mg/L；

再现性限分别为：0.03 mg/L、0.07 mg/L、0.10 mg/L。

6 个实验室分别对总锑平均测定质量浓度为 0.50 mg/L、1.28 mg/L 的地表水、地下水和 0.87 mg/L、2.43 mg/L、5.02 mg/L 的工业废水的统一实际样品重复测定 6 次：

实验室内相对标准偏差分别为：1.5%~3.1%、0.6%~2.5%、0.7%~2.1%、0.9%~1.3%、0.1%~1.5%；

实验室间相对标准偏差分别为：4.5%、5.9%、4.0%、9.0%、4.5%；

重复性限分别为：0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.03 mg/L、0.07 mg/L、0.14 mg/L；

再现性限分别为：0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.03 mg/L、0.15 mg/L、0.20 mg/L。

11.2 正确度

6个实验室分别对镉质量浓度为0.804 mg/L的统一有证标准物质和2.00 mg/L、5.00 mg/L、7.00 mg/L的统一标准样品重复测定6次:

相对误差分别为: -1.1%~4.9%、0%~5.0%、0%~2.8%、-0.9%~1.9%;

相对误差最终值分别为: $1.0\% \pm 4.2\%$ 、 $2.2\% \pm 4.0\%$ 、 $1.5\% \pm 2.4\%$ 、 $0.9\% \pm 2.4\%$ 。

6个实验室分别对可溶性镉平均测定质量浓度为0.47 mg/L、1.46 mg/L和1.88 mg/L,加标浓度为0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L的地表水、地下水、工业废水的统一实际样品重复测定6次:

加标回收率分别为: 95.2%~119%、89.0%~104%、97.0%~101%;

加标回收率最终值分别为: $105\% \pm 20.0\%$ 、 $97.2\% \pm 11.6\%$ 、 $99.1\% \pm 2.6\%$ 。

6个实验室分别对总镉平均测定质量浓度为0.50 mg/L、1.28 mg/L,加标浓度为0.50 mg/L、1.00 mg/L的地表水、地下水;平均测定质量浓度为0.87 mg/L、2.43 mg/L、5.02 mg/L,加标浓度为1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L的工业废水的统一实际样品重复测定6次:

加标回收率分别为: 91.2%~104%、85.0%~105%、97.4%~118%、91.5%~100%、91.0%~103%;

加标回收率最终值分别为: $97.6\% \pm 9.4\%$ 、 $96.5\% \pm 16.4\%$ 、 $105\% \pm 14.2\%$ 、 $95.2\% \pm 5.8\%$ 、 $98.9\% \pm 8.4\%$ 。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白实验

每20个或每批次样品(少于20个)应至少测定1个实验室空白试样,其测定结果应低于方法检出限。

12.2 标准曲线

标准曲线应至少包含6个浓度点(含零浓度点),线性相关系数应 ≥ 0.999 。每20个或每批次样品(少于20个)应至少分析1个标准曲线中间点浓度的标准溶液,其测定结果与标准曲线该点浓度的相对误差应在 $\pm 10\%$ 以内。否则,应重新建立标准曲线。

12.3 准确度

12.3.1 每20个或每批次样品(少于20个)应至少测定1个平行双样,平行双样测定结果的相对偏差应在 $\pm 20\%$ 以内。

12.3.2 每20个或每批次样品(少于20个)应至少测定1个基体加标样或有证标准物质,加标回收率应控制在80%~120%之间,有证标准物质测定值应在其给出的不确定度范围内。

13 废物处置

实验过程中产生的废物应分类收集,集中保管,并做好相应标识,依法委托有资质的单

位处理。

