ICS 13.060.50
CCS D51

T/QAS

青 海 省 标 准 化 协 会 团 体 标 准

T/QAS 028—2020

卤水 砷锑铋的测定 原子荧光法

2020－12－04 发布　　2020－12－06 实施

青海省标准化协会　　发 布

前　　言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》规定起草。

本文件由青海省柴达木综合地质矿产勘查院提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：青海省柴达木综合地质矿产勘查院、青海省地质矿产测试应用中心、青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本文件主要起草人：薛超群、郭敏、刘磊、李温文、张旭、马成冰、靳芳、李得刚、石华、朱琳、杜作朋、刘宏、王兴权。

卤水 砷锑铋的测定 原子荧光法

1 范围

本文件规定了卤水中砷锑铋的测定方法。

本文件适用于卤水中砷锑铋的测定。方法检出限：0.005 mg/L，范围：0.050 mg/L～500.0 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用氢氧化铁共沉淀，分离卤水中大量盐类，盐酸溶解沉淀，试液进入原子荧光仪，在酸性条件下与硼氢化钾反应生成砷化氢、锑化氢和铋化氢，由载气（氩气）带入石英原子化器受热分解为原子态，在特制空心阴极灯的照射下，基态原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，在一定的浓度范围内，其荧光强度与元素含量成正比，与标准系列比较定量。

5 干扰及消除

加入三氯化铁可以使待测元素与卤水中的主项元素分离，共同沉淀后溶解的钙、镁离子也不会产生荧光信号，与之共沉淀的铜、铅、锌、银、钴、镍、钨、钼等金属离子，富集总量不超过0.5mg/L,且不会和硼氢化钾生成氢化物，不影响测定。加入抗坏血酸即可消除试液中铁离子的干扰。

6 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

6.1 氢氧化钾溶液（5g/L）：称取 5g 氢氧化钾溶于纯水中，稀释至 1000mL。

6.2 硼氢化钾溶液（20g/L）：称取硼氢化钾（KBH_4）20.0g 溶解于 1000mL 氢氧化钾(6.1)溶液中。

6.3　盐酸(1.19 g/mL),优级纯。

6.4　硫脲-抗坏血酸溶液:称取 25.0g 硫脲加约 400mL 纯水,加热溶解,冷却后加人 25.0g 抗坏血酸,稀释至 500ml。

6.5　砷标准溶液

6.5.1 砷标准储备液[ρ(As)=0.1mg/mL]市售。

6.5.2 砷标准中间溶液[ρ(As)=1.0μg/mL]：吸取5mL砷标准储备液（6.5.1）于500mL容量瓶中,用纯水定容至刻度。

6.5.3 砷标准使用溶液[ρ(As)= 0.10μg/mL]：吸取10mL砷标准储备液（6.5.2）于100mL容量瓶中,用纯水定容至刻度。

6.6　锑标准溶液

6.5.1 锑标准储备液[ρ(Sb)=0.1mg/mL]市售。

6.5.2 锑标准中间溶液[ρ(Sb)=1.0μg/mL]：吸取 5mL 锑标准储备液（6.6.1）于 500mL 容量瓶中,用纯水定容至刻度。

6.5.3 锑标准使用溶液[ρ(Sb)= 0.10μg/mL]：吸取 10mL 锑标准储备液（6.6.2）于 100mL 容量瓶中,用纯水定容至刻度。

6.7　铋标准溶液

6.7.1 铋标准储备液[ρ(Bi)=0.1mg/mL]市售。

6.7.2 铋标准中间溶液[ρ(Bi)=1.0μg/mL]：吸取 5mL 铋标准储备液（6.7.1）于 500mL 容量瓶中,用纯水定容至刻度。

6.7.3 铋标准使用溶液[ρ(Bi)= 0.10μg/mL]：吸取 10mL 铋标准储备液（6.7.2）于 100mL 容量瓶中,用纯水定容至刻度。

6.8　三氯化铁溶液（2.00mg/mL）：称取 0.996g$FeCl_3$•$6H_2O$ 溶解于 100mL 水中，加入 5 滴（1+1）的盐酸保存。

6.9　氢氧化钠（20g/L）：称取氢氧化钠 20.0g 溶解于 1000mL 水中。

6.10　原子荧光光度计；

6.11　砷、锑、铋空心阴极灯。

6.12　PH 计

7　试样

试样保存在蜡封的硬质玻璃瓶中。

8　分析步骤

8.1　样品前处理

取100-300mL水样于烧杯中，煮沸后冷却，在PH计上，用（1+9）盐酸和氢氧化钠溶液（6.10）调节PH为8.5左右,加入三氯化铁溶液3mL,放置2h后过滤，用纯水洗涤沉淀5-8遍，再用20%的盐酸溶解沉淀，用25mL比色管承接，洗净滤纸，加入5mL硫脲-抗坏血酸溶液，用20%的盐酸定容，混匀，同时制备空白溶液。

8.2　系列标准溶液

分别吸取砷、锑、铋标准使用溶液(6.5.3,6.6.3,6.7.3)0mL,1mL,2mL,4mL,8mL,10mL,12mL,16mL,20mL

于 100mL 容量瓶中，加入 10mL 盐酸（2.3），20mL 硫脲-抗坏血酸溶液（2.5）,用纯水定容，混匀，使砷锑铋的浓度分别为 0μg/L,1.0μg/L,2.0μg/L,4.0μg/L,8.0μg/L,10.0μg/L,12.0μg/L,16.0μg/L,20.0μg/L。

8.3 仪器条件

元素	负高压 *U*/V	灯电流 *I*/mA	原子化器高度 *h*/mm	载气流量 *gv*	积分方式
As	270	30	8	500	峰面积
Sb	270	50	8	500	峰面积
Bi	270	30	8	500	峰面积

8.4 测定

开机，设定仪器最佳条件，点燃原子化器炉丝，稳定后以盐酸溶液为载流，硼氢化钾为还原剂，浓度由低到高依次测定标准系列的原子荧光强度，以原子荧光强度为纵坐标，元素质量浓度为横坐标，绘制标准曲线，检测样品。

9 数据处理

样品中待测元素的质量浓度 ρ 按公式计算：

$$\rho = \frac{\rho_1 \times f \times V_1}{V} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (1)$$

式中：

ρ——样品中待测元素的质量浓度，μg/L；

ρ_1——由标准曲线上查得的试样中待测元素的质量浓度，μg/L；

f——试样稀释倍数；

V_1——分取后测定试样的定容体积，mL；

V——分取试样的体积，mL。

结果数值修约按照GB/T 8170执行。

10 质量控制

10.1 准确度

同类型试样，每一批次试样数在10个以下时，取至少一个加标回收试样，10个以上试样时，加标回收试样数比例为10%。试样中待测组分的加标回收率控制在90%～110%，超出此范围判定为不合格。

加标回收率按公式（2）计算：

$$P = \frac{X_1 - X_0}{X} \times 100\% \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

P—回收率，%；

X_1—加标试样测定值，mg/L；

X_0—试样测定值，mg/L；

X—加标量，mg/L。

10.2 精密度

每一批试样随机抽取10%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样，取至少一个检查分析样。重复分析相对偏差允许限依据公式（3）计算：

$$Y = 11.0CX^{-0.28} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

C—重复分析相对偏差允许限系数，参照DZ/T 0130取C=1.0；

X—各组分分析结果的浓度值，mg/L；

重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断，小于等于重复分析相对偏差允许限时，为合格；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

10.3 空白试验

应随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取同一批试剂，加入同等的量。

11 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。