

HZ-HJ-SZ-0114

水质—铍的测定—石墨炉原子吸收法

1 范围

本方法可用于含铍的水及其工业废水的分析。最低检测浓度为 0.04 μg/L，测定上限为 4 μg/L。

较多的阳离子对本方法有不同程度的干扰。在铝的浓度为 1×10^3 mg/L，硫酸含量为 2%(V/V)时，本方法允许存在干扰离子的浓度(mg/L)为：钾 700，钠 1600，镁 700，钙 80，锰 100，铬 50，铁 5。

2 原理

铍在热解石墨管中被加热原子化，以铍空心阴极灯在 234.9nm 波长进行定量分析。

3 试剂

3.1 硫酸(优级纯)。

3.2 铍标准贮备溶液：在含有 2mL 硫酸的蒸馏水中溶解 19.656g 四水硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)，溶解后移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。此溶液每毫升含铍 1.000mg。取该贮备溶液稀释成含铍 0.10 μg/mL 的标准溶液。

3.3 铝溶液：溶解 13.9g 硝酸铝 [$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$] 于 100mL 蒸馏水中。此溶液含铝浓度为 1.0×10^4 mg/L。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计，带石墨炉和背景校正器。

4.2 热解石墨管。

4.3 仪器参数：灯电流 12.5mA，波长 234.9nm，狭缝宽度 1.3nm。

4.4 石墨炉加热程序，如表 1 所示。

表 1 石墨炉加热程序

阶段	温度	时间 (s)
干燥	80~120	20
灰化	600~600	10
原子化	2600~2600	5
清洗	2800~2800	2

5 试样制备

清洁水样和一般废水样品可直接进行分析。取适量含铍样品($<0.04 \mu\text{g Be}$)置 10mL 比色管中，加入 1.0×10^4 mg/L 铝溶液 1.0mL，硫酸 0.2mL，稀释至标线。

6 操作步骤

6.1 试样的测量

选择最佳仪器参数，进样量为 10 μL，将上述试液注入石墨炉内进行测量，记下吸光度，并作空白校正。

6.2 校准曲线的绘制

于 6 个 10mL 比色管中，分别加入 0.1 μg/mL 铍标准溶液 0、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40mL。以下按试样步骤操作，以吸光度对其浓度绘制校准曲线。

7 结果计算

$$c_{\text{铍}} (\text{Be, mg/L}) = m/V$$

式中， m —校准曲线查得的铍量(μg)；

V —取水样体积(mL)。

8 精密度和准确度

三个实验室分析用蒸馏水配制的 1.00mg/L 铍的统一样品，室内相对标准偏差为 5.9%；室间相对标准偏差为 6.0%；相对误差为-2.1%；加标回收率为 $101 \pm 8.8\%$ 。

本方法用于实际水样的分析，单一实验室的分析结果，如表 2 所示。

表 2 含铍水分析的精密度与准确度

水样	指 标		
	含量 (μg/L)	相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)
河 流	0.20		96
冶 炼 厂	0.78	8.0	107.2
有色金属厂	1.15	9.0	94.3
矿 山	1.01	6.4	102.8

注意事项

工业废水中钾、钠、钙、镁、锰等金属离子的浓度一般不超过本方法允许浓度，而铁和钴的浓度往往较高。如果试样中铁和钴的浓度分别超过 5mg/L 和 50mg/L 而干扰铍的测定时，可按下述步骤制备试样。

① 将 717[#]强碱型阴离子树脂洗净后，用乙醇浸泡 24h。用蒸馏水洗净，再用 1mol/L 盐酸浸洗数次。在 25mL 滴定管的下端放一层玻璃棉，装入树脂，高度为 11cm。用 6 mol/L 盐酸溶液 25mL 流过树脂。

② 取适量样品配成 6 mol/L 盐酸溶液，将该溶液以 2.0mL/min 的流速流过阴离子树脂柱。弃去初流出液 10mL 左右，再收集流出液，供测定用。

③ 用 6mol/L 盐酸溶液稀释铍标准溶液，配制标准系列。依次测定其吸光度，绘制校准曲线。

铍化合物为剧毒物，操作时应小心。在测定时，仪器上的抽风装置应开足。

当铝的含量为 1×10^3 mg/L 时，有一定的背景吸收。必须进行背景校正。

9 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 132~134，中国环境科学出版社，北京，1997。