

F-HZ-HJ-SZ-ISO-026

水质—砷的测定—氢化物发生原子吸收光谱法

1 适用范围

本方法适用于饮用水、地下水、地表水中浓度在 $1\mu\text{g/L} \sim 10\mu\text{g/L}$ 的砷（包含有机砷）的测定。

2 原理概要

本方法是利用原子吸收测定砷化三氢热分解产生的砷。在本法的条件下，只有 $\text{As}(\text{III})$ 被定量的转化为氢化物。为了避免误差，在测定前，其它氧化态均要转化成 $\text{As}(\text{III})$ 。砷与四氢硼酸钠在盐酸介质下反应被还原为气态的砷化三氢。在 193.7nm 处测定吸光度。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

常规实验室仪器，原子吸收光谱仪，氩气或氮气，玻璃器皿。

3.2 主要试剂

所用试剂均为分析纯。

硫酸，盐酸，30% (m/m) 的双氧水，氢氧化钠，四氢硼酸钠溶液，碘化钾-抗坏血酸溶液，砷贮备溶液。

4 过程简述

4.1 采样

采样参照 ISO 5667-1 和 ISO 5667-2。

用聚乙烯或硼硅酸盐玻璃容器采样，每 1000mL 水样中加入 20mL 盐酸。

4.2 前处理

有机砷化合物经消解可分解，若已知样品中无有机砷化物则可省略消解步骤。

4.2.1 消解

将 50mL 样品放入一圆底烧瓶中，加入 5mL 硫酸，5mL 双氧水，加热煮沸，收集冷凝液。当样品无色、不浑浊时，冷却烧瓶，将冷凝液倒回烧瓶中。

4.2.2 从 $\text{As}(\text{V})$ 还原到 $\text{As}(\text{III})$

继续在烧瓶中加入 20mL 盐酸和 4mL 碘化钾-抗坏血酸溶液，在 50°C 温和加热 15min，冷却，定量的将其转移到 100mL 容量瓶中，加水到刻度。

4.3 测试

需校准和做空白实验。

5 准确度与精密度

实验室间数据验证，回收率 107% ~ 109%，重复性标准偏差 $0.084 \sim 0.572\mu\text{g/L}$ ，重复性变异系数 3.9% ~ 7.1%，重现性标准偏差 $0.268 \sim 0.919\mu\text{g/L}$ ，重现性变异系数 12% ~ 19%。

6 来源

国际标准化组织，ISO 11969：1996 (E)