

F-HZ-HJ-SZ-ISO-033

水质—无机元素的测定—王水消化法

1 适用范围

本方法是用王水作消化剂从水样中提取痕量元素。本方法适用于各类水，其中水中悬浮颗粒物浓度小于 20g/L，总有机物浓度（以碳表示）小于 5g/L。

王水消化法适用于释放水样中 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Hg、K、Mg、Mn、Mo、Na、Ni、P、Pb、Sb、Se、Sn、Sr、Ti、V、Zn，不适用于耐火化合物（如 SiO₂、TiO₂、Al₂O₃）的消化。

2 原理概要

在一定温度下用王水消化待测试样。温度最低为沸点温度，最高为 175℃。在沸点温度的最短消解时间为 120min，最长消解时间为最短消解时间的四倍。通过对流，最短时间和最长时间在温度到沸点温度以上后，温度每升高 15℃即减半。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

消化容器，蒸汽回收装置，挥发组分捕集器，加热装置，滤纸，防沸颗粒剂或粗糙玻璃珠，容量瓶，吸移管。

3.2 主要试剂

所用试剂均为分析纯。水要用 ISO 3696 中所述的一级水。

12.0mol/L 的盐酸，15.8mol/L 的硝酸，防沫剂（如正十二烷）。

4 过程简述

4.1 采样

样品的采集和保存步骤参照 ISO 5667-3。

从充分振摇的均一的水样中取出 25.0 ± 0.1mL 做消化。

4.2 准备

酸洗消化装置。在消化容器中加入 25.0 ± 0.1mL 试样，加入盐酸，再加入硝酸，此混合物的沸点为 103℃，试样与王水的体积比约为 3。等待可观察到的反应停止。

4.3 消化

4.3.1 在开放系统中消化

将消化容器连接到蒸汽回收装置上，连接挥发组分捕集器。将消化装置放到加热装置中，升温到沸点，保持沸腾至少 120min。消化完成后，将消化容器冷却。

4.3.2 在封闭系统中消化

将消化容器加盖，称重。将消化容器放到加热装置中，缓慢升温至沸点与 175℃ 之间温度 T_d。保持消化至少 10min，最多 480min。消化完成后，将消化容器冷却。称量消化容器重量，在通风橱中打开盖子，通气。

4.4 样品转移

将样品慢慢的倒入一酸洗过的容量瓶中，用水洗消化容器，把洗液倒入容量瓶中，在加入所需试剂后定容至刻度，待分析。

5 来源

国际标准化组织，ISO 15587-1：2002（E）