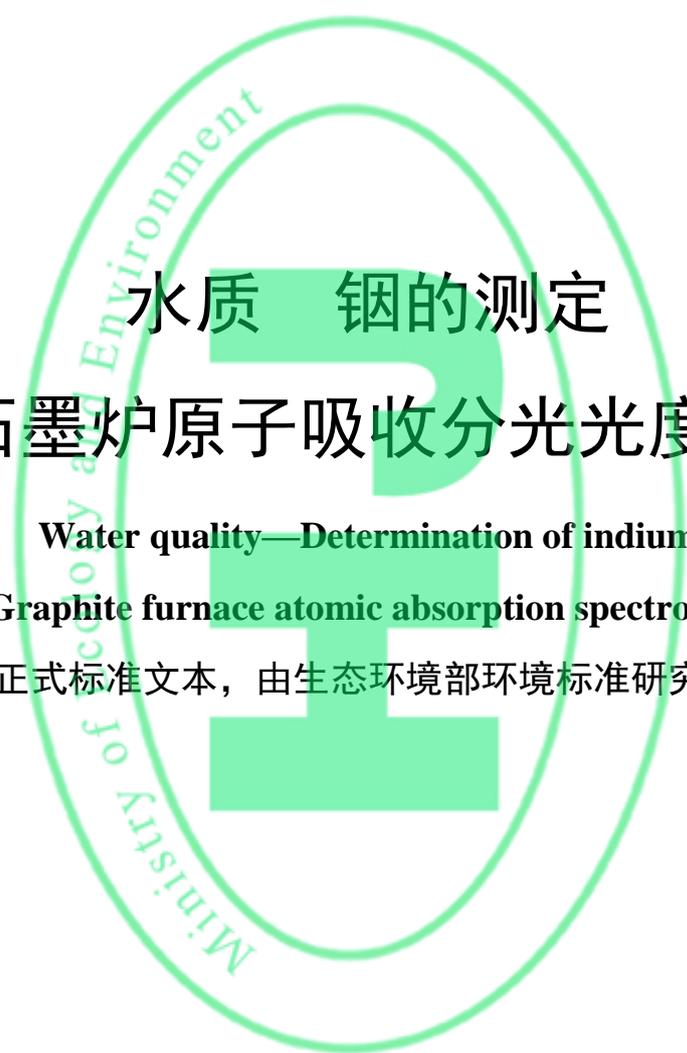


HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1193—2021



水质 铟的测定
石墨炉原子吸收分光光度法

Water quality—Determination of indium

—Graphite furnace atomic absorption spectrometry

本电子版为正式标准文本，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2021-09-17 发布

2022-01-01 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	1
6 试剂和材料	2
7 仪器和设备	2
8 样品	3
9 分析步骤	3
10 结果计算与表示.....	4
11 准确度.....	5
12 质量保证和质量控制.....	5
13 废物处置	5
14 注意事项	5
附录 A（资料性附录） 标准加入法.....	6
附录 B（资料性附录） 微波消解法.....	8



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，规范水中铜的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中铜的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准为首次发布。

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：江苏省南京环境监测中心。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、江苏省理化测试中心、江苏省常州环境监测中心、江苏省镇江环境监测中心、江苏省泰州环境监测中心、南京市江宁区环境监测站。

本标准生态环境部 2021 年 9 月 17 日批准。

本标准自 2022 年 1 月 1 日起实施。

本标准由生态环境部解释。



水质 铟的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

警告：硝酸具有强腐蚀性和强氧化性，样品前处理过程应在通风橱中进行，操作时应按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中铟的石墨炉原子吸收分光光度法。
本标准适用于地表水、地下水和工业废水中铟的测定。
当进样体积为 20 μl 时，方法的检出限为 2 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 8 $\mu\text{g/L}$ 。

2 规范性引用文件

本标准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/T 91	地表水和污水监测技术规范
HJ 91.1	污水监测技术规范
HJ 164	地下水环境监测技术规范
HJ 677	水质 金属总量的消解 硝酸消解法
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

可溶性铟 soluble indium
未经酸化的样品经 0.45 μm 滤膜过滤后测定的铟。

3.2

总铟 total quantity of indium
未经过滤的样品经消解后测定的铟。

4 方法原理

样品经过滤或消解后注入石墨炉原子化器，经干燥、灰化和原子化，形成铟基态原子蒸气，对铟空心阴极灯或其他光源发射的特征谱线产生选择性吸收，在一定范围内其吸光度与铟的浓度成正比。

5 干扰和消除

5.1 样品中浓度低于 10 mg/L 的 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Bi、Cd、Co、Cr、Cu、Mn、Mo、Ni、

HJ 1193—2021

Pb、Se、Sr、Ti、Tl、V、Zn，低于 500 mg/L 的 K、Na、Mg、Ca、Fe 和低于 10000 mg/L 的 Cl 对测定结果无显著影响。

5.2 当样品基体干扰严重时，可采用标准加入法进行测定，参见附录 A。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为蒸馏水或去离子水。

6.1 硝酸 (HNO_3): $\rho=1.42 \text{ g/ml}$ 。

6.2 硝酸钯 [$\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$]。

6.3 硝酸镁 [$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]: 优级纯。

6.4 铟: 光谱纯。

6.5 硝酸溶液: $\varphi=50\%$ 。

硝酸 (6.1) 和水以 1:1 的体积比混合。

6.6 硝酸溶液: $\varphi=1\%$ 。

硝酸 (6.1) 和水以 1:99 的体积比混合。

6.7 基体改进剂: 硝酸钯-硝酸镁混合溶液。

称取 0.26 g 硝酸钯 (6.2)，加入 2 ml 硝酸 (6.1) 和少量水溶解。称取 0.11 g 硝酸镁 (6.3)，用少量水溶解。将 2 种溶液混合，用水定容至 100 ml。

6.8 铟标准贮备液: $\rho(\text{In})=100 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 0.1 g (精确至 0.0001 g) 铟 (6.4)，加入 50 ml 硝酸溶液 (6.5)，加热溶解完全，冷却后转移至 1000 ml 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中密封，可保存 2 年。也可使用市售有证标准溶液。

6.9 铟标准中间液: $\rho(\text{In})=10.0 \text{ mg/L}$ 。

移取 10.00 ml 铟标准贮备液 (6.8) 于 100 ml 容量瓶中，用硝酸溶液 (6.6) 定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中密封，可保存 6 个月。

6.10 铟标准使用液: $\rho(\text{In})=500 \text{ } \mu\text{g/L}$ 。

移取 5.00 ml 铟标准中间液 (6.9) 于 100 ml 容量瓶中，用硝酸溶液 (6.6) 定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中密封，可保存 1 个月。

6.11 氙气: 纯度 $\geq 99.99\%$ 。

6.12 滤膜: 孔径为 $0.45 \text{ } \mu\text{m}$ 的醋酸纤维、聚乙烯等水系微孔滤膜。

7 仪器和设备

7.1 样品瓶: 500 ml，聚乙烯或相当材质。

7.2 石墨炉原子吸收分光光度计: 具有背景校正功能。

7.3 铟空心阴极灯或其他光源。

7.4 温控电热板: 具有温控功能。

7.5 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品的采集

按照 HJ/T 91、HJ 91.1 和 HJ 164 的相关规定执行，测定可溶性钢和总钢的样品应分别采集。

8.2 样品的保存

8.2.1 可溶性钢

样品采集后用水系微孔滤膜（6.12）过滤，弃去初始的滤液，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）酸化，1 个月内测定。

8.2.2 总钢

样品采集后，每 100 ml 样品加入 1 ml 硝酸（6.1）酸化，储存于样品瓶（7.1）中，1 个月内测定。

8.3 试样的制备

8.3.1 可溶性钢

样品处理方法见 8.2.1。

8.3.2 总钢

量取 50.0 ml 混合均匀的水样（8.2.2）于 150 ml 玻璃烧杯中，加入 5 ml 硝酸（6.1），置于温控电热板（7.4）上，盖上表面皿，使之保持微沸状态，至样品均匀清澈时移去表面皿，蒸发至 5 ml 左右。冷却后，用水淋洗烧杯内壁和表面皿至少 3 次，全量移入 50 ml 容量瓶中，用水定容至标线，摇匀待测。

注 1：可根据实际需要调整加入硝酸的体积。

注 2：试样的电热板消解亦可按照 HJ 677 执行，试样的微波消解法参见附录 B。

8.4 空白试样的制备

以同批次实验用水代替样品，按照与试样制备（8.3）相同步骤进行空白试样的制备。

9 分析步骤

9.1 参考测量条件

根据仪器使用说明书调节仪器至最佳工作状态，参考测量条件见表 1，石墨炉推荐升温程序见表 2。

表 1 参考测量条件

光源	波长 (nm)	灯电流 (mA)	通带宽度 (nm)	进样体积 (μl)
钢空心阴极灯	325.6	15	0.7	20
注：亦可使用 303.9 nm 波长测定。				

表 2 石墨炉推荐升温程序

升温阶段	温度 (°C)	时间 (s)
干燥	110~140	70
灰化	1200	20
原子化	2100	3
清除	2450	3

注：此参考测量条件是基于横向加热塞曼原子吸收仪器，如果使用纵向加热仪器或其他仪器测定，可将原子化和清除温度升高 200 °C~400 °C。

9.2 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.00 ml、3.00 ml、5.00 ml 铟标准使用液（6.10）于 50 ml 容量瓶中，用硝酸溶液（6.6）定容至标线，摇匀。标准系列浓度分别为 0.00 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、30.0 μg/L、50.0 μg/L。按照参考测量条件（9.1），依次由低浓度到高浓度向石墨管中加入 20 μl 标准溶液和 5 μl 基体改进剂（6.7），测定吸光度。以铟浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

9.3 试样的测定

将制备好的试样（8.3），按照与绘制标准曲线相同的测量条件（9.1）和操作步骤（9.2）进行测定。如果测定结果超出标准曲线范围，应将试样用硝酸溶液（6.6）稀释后重新测定。

9.4 空白试验

将制备好的空白试样（8.4），按照与绘制标准曲线相同的测量条件（9.1）和操作步骤（9.2）进行测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

样品中铟的浓度（μg/L），按照公式（1）进行计算：

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

式中： ρ ——样品中铟的浓度，μg/L；

ρ_1 ——由标准曲线查得试样中铟的浓度，μg/L；

D ——试样稀释倍数。

10.2 结果表示

当测定结果小于 100 μg/L 时，保留至整数位；当测定结果大于或等于 100 μg/L 时，保留 3 位有效数字。

11 准确度

11.1 精密度

6家实验室分别对可溶性钢平均测定浓度为6 μg/L的地表水和20 μg/L的地下水统一实际样品加标进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为7.3%~14%、3.4%~7.4%；实验室间相对标准偏差分别为9.5%、4.4%；重复性限分别为2 μg/L、4 μg/L；再现性限分别为3 μg/L、4 μg/L。

6家实验室分别对3种总钢平均测定浓度为10 μg/L、16 μg/L、23 μg/L的工业废水统一实际样品进行了6次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为6.7%~13%、4.3%~7.4%、2.8%~5.8%；实验室间相对标准偏差分别为7.7%、5.9%、4.6%；重复性限分别为3 μg/L、3 μg/L、4 μg/L；再现性限分别为4 μg/L、4 μg/L、5 μg/L。

11.2 正确度

6家实验室分别对2种平均测定浓度均低于方法检出限，加标浓度为7 μg/L的地表水和8 μg/L的地下水统一实际样品进行了6次重复加标分析测定：加标回收率分别为96.7%~115%、86.5%~106%；加标回收率最终值分别为102%±16.6%、96.1%±14.2%。

6家实验室分别对3种平均测定浓度为10 μg/L、16 μg/L、23 μg/L，加标浓度为7 μg/L、15 μg/L、20 μg/L的工业废水统一实际样品进行了6次重复加标分析测定：加标回收率分别为97.4%~119%、79.6%~101%、87.3%~107%；加标回收率最终值分别为107%±15.0%、91.6%±17.0%、97.0%±16.2%。

12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品至少测定1个空白试样，其测定结果应低于方法检出限。

12.2 每批样品分析应绘制标准曲线，标准曲线至少包含6个浓度点（含零点），标准曲线的相关系数应不小于0.995。每测定10个样品应进行标准曲线中间浓度点的核查，测定结果的相对误差应在±10%以内。否则，应重新绘制标准曲线。

12.3 每批样品至少测定10%的平行双样，样品数量少于10个时，应至少测定1个平行双样。平行双样测定的相对偏差应在±20%以内。

12.4 每批样品至少测定10%的基体加标样品，样品数量少于10个时，应至少测定1个基体加标样品。加标回收率应在70%~130%之间。

13 废物处置

实验中产生的废液应置于密闭容器中分类收集，集中保管，依法委托有资质的单位进行处理。

14 注意事项

14.1 高浓度样品测量后或空白值较高时，增加石墨管空烧次数以消除记忆效应。

14.2 使用金属钢配制标准贮备液时，需要先用1000号以上抛光砂纸去除表面的污染物后再用无水乙醇冲洗干净。

附录 A
(资料性附录)
标准加入法

A.1 校准曲线绘制方法

分别量取等量待测样品 4 份 (浓度为 ρ)，配制总体积相同的 4 份溶液。1 份不加标准溶液，其余 3 份分别按比例加入不同浓度标准溶液，溶液浓度通常分别为： ρ 、 $\rho+\rho_0$ 、 $\rho+2\rho_0$ 、 $\rho+3\rho_0$ ；加入标准溶液 ρ_0 的浓度约等于 0.5 倍量的样品浓度，即 $\rho_0 \approx 0.5\rho$ 。

用空白溶液调零，在相同条件下依次测定 4 份溶液的吸光度，以加入标准溶液的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线，曲线反向延伸与横坐标的交点即为待测样品的浓度。待测样品浓度与对应吸光度的关系见图 A.1。

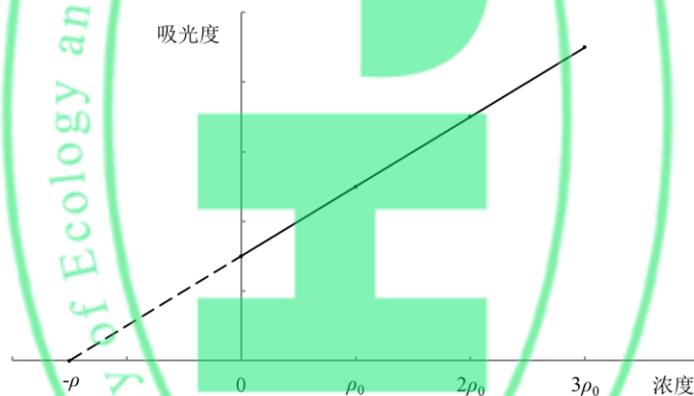


图 A.1 待测样品浓度与对应吸光度的关系

A.2 注意事项

- A.2.1 本方法只适用于待测样品浓度与吸光度呈线性的区域。
 A.2.2 加入标准溶液所引起的体积误差不应超过 0.5%。
 A.2.3 本方法只能补偿基体效应造成的影响，不能补偿背景吸收的影响。

A.3 标准加入法的适用性判断

样品中钢的浓度 ρ ，按照公式 (A.1) 进行计算：

$$\rho = \rho_3 / (\rho_2 - \rho_1) \times \rho_1 \quad (\text{A.1})$$

式中： ρ ——样品中钢的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_3 ——待测试样中加入的钢标准溶液浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_2 ——由标准曲线查得加标浓度为 ρ_3 的待测试样中镉的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_1 ——由标准曲线查得试样中镉的浓度， $\mu\text{g/L}$ 。

当基体效应存在时， $\rho_3/(\rho_2-\rho_1)$ 在 0.5~1.5 之间，可用标准加入法；当 $\rho_3/(\rho_2-\rho_1)$ 超出此范围时，标准加入法不适用。



附录 B
(资料性附录)
微波消解法

B.1 试样的制备

量取 25.0 ml 混合均匀的水样 (8.2.2) 于微波消解罐中, 加入 2 ml 硝酸 (6.1), 放置 30 min, 加盖密闭, 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, 将消解罐放置于电热板上在近沸状态下加热蒸发至 5 ml 左右。冷却后, 用水淋洗消解罐内壁和盖子至少 3 次, 全量移入 25 ml 容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀待测。

注: 试样的微波消解亦可按照 HJ 678 执行。

