

# 石墨炉原子吸收法测定废水中钒的含量

AAS-021

**摘要：**采用酸化消解法消解废水样品，使用石墨炉原子吸收法进行钒的含量测定。实验结果表明，该方法钒的回收率可达 96.1%。线性相关系数达到 0.9996，相对标准偏差小于 2.31%，操作简便，适用于废水及环境水中钒的测定。

**关键词：**环境 废水 钒 石墨炉

研究表明，钒化合物（钒盐）对人和动物都具有中至高等毒性。所以钒是我国实施地表水环境质量控制的重要指标之一，也是《重金属污染综合防治“十二五”规划》中要求废水检测的重金属项目。本文依据国家标准 GB/T 14673-1993：《水质 钒的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》，利用岛津 AA-7000，介绍石墨炉原子吸收分光光度法测定废水样品钒的方法。

钒是典型的难熔金属元素，原子化温度通常设置在 2600-2800℃之间。综合考虑检测灵敏度和石墨管性能寿命，本方法中，原子化温度设为 2700℃。原子化时间升至 5s，使元素钒在原子化阶段挥发充分，以减少记忆效应，避免残留在样品管中的钒对下一次测定造成影响。

## 实验部分

### 1.1 仪器

AA-7000 ( GFA )

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿为硝酸溶液 ( 1+1 ) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO<sub>3</sub> 为 BV-III 试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制 V 的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 仪器测定条件

元素	波长 ( nm )	光谱 通带 ( nm )	灯电流 ( mA )	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 ( °C )	时间 ( s )	温度 ( °C )	时间 ( s )	温度 ( °C )	时间 ( s )	温度 ( °C )	时间 ( s )
V	318.4	0.7	15	150	20	900	10	2700	5	2750	2

### 1.4 样品的前处理

取均匀混合的水样 50 mL 置于烧杯中，分多次加入硝酸共 10 mL，在电热板上加热煮沸，直至试液清澈。并蒸发至近干，用 1% 的硝酸定容至 50 mL，待测。同时做空白试验。

## 结果讨论

### 2.1 线性方程和检出限

20  $\mu\text{L}$  进样量, 对钒工作曲线溶液进行测定, 标准曲线如下图:

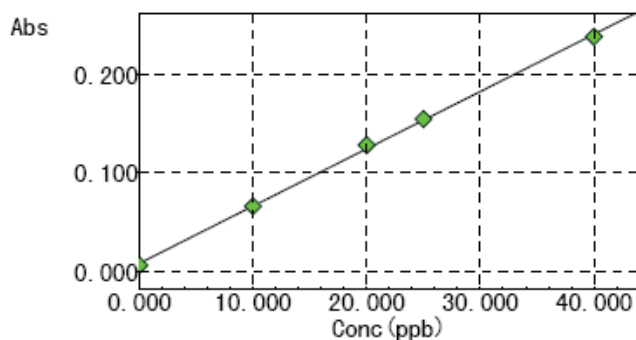


图1 钒的标准曲线

在 0.00 ~ 40.00  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内, 钒的浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为  $r=0.9996$ 。对空白溶液重复测定 11 次, 根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限, 本方法钒的检出限为 0.18  $\mu\text{g/L}$ 。

### 2.2 样品测定结果

样品两个平行样, 其结果见表 2 和表 3。

表 2 废水中钒的分析结果

元素	样品名称	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%)
V	1#	11.23	11.42	2.31
	2#	11.62		1.56

实验数据表明, 该实验平行性良好。

### 2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理, 以 2 次平行数据的平均值作为加标前的数值, 进行加标回收率实验, 其结果见表 4。

表 3 钒的回收试验结果

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
V	11.32	10.0	20.92	96.1

## 结论

本方法依据国家标准 GB/T 14673-1993, 采用酸化消解废水样品, 用石墨炉原子吸收分光光度法测定废水样品中的钒, 该方法具有分析速度快、测定结果的精确度和精密度高、节省人力等特点, 测定误差均在允许范围内。