

ICS 71.040.40
CCS H11



团体标准

T/CSTMXXXXXX.X-2023

提钒废水 钒钛镉铬砷铅汞磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Wastewater by V-recovery with vanadium slag—Determination of vanadium
titanium cadmium arsenic plumbum mercury phosphorus content—
Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

(征求意见稿)

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件参照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）归口。

提钒废水 钒、钛、镉、铬、砷、铅、汞、磷含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

重要提示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定提钒废水中钒、钛、镉、铬、砷、铅、汞、磷含量的原理、试剂和试料、仪器及设备、样品、试验步骤、分析结果的计算、精密度和试验报告。

本文件适用于提钒废水中钒、钛、镉、铬、砷、铅、汞、磷等元素含量的测定，测定范围见表1。任一元素含量超过测定范围上限可参照本文件。

表1 元素的测定范围

元素	测定范围 (mg/L)
钒	0.001~1.000
钛	0.001~0.100
镉	0.001~0.100
铬	0.001~1.000
砷	0.001~0.100
铅	0.001~0.100
汞	0.001~0.100
磷	0.002~1.000

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
- GB/T 36244 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试液在室温条件下过滤、经盐酸酸化至弱酸性后，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，于各元素选定的波长处测量其发射强度。采用工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量浓度表示测定结果。

5 试剂和材料

5.1 符合 GB/T 6682 规定的一级水或其纯度相当的水。

5.2 盐酸, $\rho \approx 1.19\text{g/mL}$, 优级纯。

5.3 氩气, 纯度大于 99.99%。

5.4 钒、钛、镉、铬、砷、铅、汞、磷标准溶液, 质量浓度为 $1000\ \mu\text{g/mL}$ 。

5.5 钒、钛、镉、铬、砷、铅、汞、磷单元素储备溶液

分别移取 $10.00\ \text{mL}$ 钒、钛、镉、铬、砷、铅、汞、磷标准溶液 (见 5.4) 于一组 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此组溶液 $1\ \text{mL}$ 分别含有 $100\ \mu\text{g}$ 钒、钛、镉、铬、砷、铅、汞、磷。

5.6 钒、铬、磷混合储备溶液

分别移取 $10.00\ \text{mL}$ 钒、铬、磷溶液 (见 5.5) 于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 $1\ \text{mL}$ 分别含有 $10\ \mu\text{g}$ 钒、铬、磷。

5.7 钛、镉、砷、铅、汞混合储备溶液

分别移取 $2.00\ \text{mL}$ 钛、镉、砷、铅、汞溶液 (见 5.5) 于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中, 以水稀释至刻度后, 混匀。此溶液 $1\ \text{mL}$ 分别含有 $2\ \mu\text{g}$ 钛、镉、砷、铅、汞。

5.8 校准曲线溶液

依次移取 $0.00\ \text{mL}$ 、 $1.00\ \text{mL}$ 、 $2.00\ \text{mL}$ 、 $5.00\ \text{mL}$ 、 $10.00\ \text{mL}$ 钒、铬、磷混合储备溶液 (见 5.6) 于一组 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中, 依次移取 $0.00\ \text{mL}$ 、 $1.00\ \text{mL}$ 、 $2.00\ \text{mL}$ 、 $3.00\ \text{mL}$ 、 $5.00\ \text{mL}$ 钛、镉、砷、铅、汞混合储备溶液 (见 5.7) 于同一组 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此系列校准曲线溶液钒、铬、磷质量浓度为 $0.00\ \text{mg/L}$ 、 $0.10\ \text{mg/L}$ 、 $0.20\ \text{mg/L}$ 、 $0.50\ \text{mg/L}$ 、 $1.00\ \text{mg/L}$; 校准曲线溶液钛、镉、砷、铅、汞质量浓度为 $0.00\ \text{mg/L}$ 、 $0.02\ \text{mg/L}$ 、 $0.04\ \text{mg/L}$ 、 $0.06\ \text{mg/L}$ 、 $0.10\ \text{mg/L}$ 。

6 仪器设备

6.1 单标线移液管, 应符合 GB/T 12808 的规定。

6.2 单刻度容量瓶, 应符合 GB/T 12806 的规定。

6.3 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-AES)。

6.3.1 光谱仪的分辨率

每条谱线使用的波长带宽应小于 $0.030\ \text{nm}$ 。

6.3.2 短期稳定性

测定十次，每个元素浓度最高的校准曲线溶液的绝对强度或强度比的相对标准偏差应小于1.0%。

6.3.3 长期稳定性

测定三次，计算每个元素浓度最高的标准溶液（见5.4）的绝对强度或强度比的平均值，三个平均值的相对标准偏差均应小于2.0%。

6.3.4 检出限

各元素检出限见表2。

表2 元素检出限

元素	检出限 (ppb)	元素	检出限 (ppb)
钒	2	砷	8
钛	10	铅	5
铬	2	汞	5
镉	1.5	磷	15

6.3.5 相关系数

校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查，曲线的相关系数应大于 0.999。

7 样品

室温下，将提钒废水过滤后移取 50mL 于 100 mL 容量瓶中，加入 5.00 mL 盐酸（见 5.2）酸化至弱酸性。使用同批次提钒废水进行定容、混匀后为待测试液。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

仪器预热1h，按照操作说明将性能参数（见6.3）调整至最优测试条件。

8.2 空白试验

随同待测试液做空白试验，所用试剂取自同一试剂瓶。

8.3 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 校准曲线绘制

仪器运行状态稳定后，选择相应的推荐元素分析谱线(见表3)，依次吸入校准曲线溶液(见5.8)，以测出的光谱强度值作为纵坐标，对应元素的浓度值作为横坐标绘制校准曲线，检查相关系数应符合6.3.5。

表3 推荐的元素分析谱线

元素	波长 (nm)	元素	波长 (nm)
V	309.311	Pb	220.353
Ti	323.452	As	189.042
Cd	226.502	Hg	184.950
Cr	283.583	P	177.495

8.4 试样溶液测定

与8.3相同条件下，将空白试液(见8.2)和分析试液(见7)依次引入 ICP-AES 光谱仪进行测量，每次测量之间吸入去离子水(见5.1)冲洗，试液至少应重复测量2次。计算机采集测定的试样溶液中待测元素分析谱线的净强度信号后，通过建立的校准曲线自动计算元素在溶液中的含量。

9 分析结果的计算和表示

9.1 分析结果的计算

由校准曲线的回归方程将试液中各元素的的光谱信号净强度值转化为相应待测元素浓度值，按式(1)计算待测元素含量 c_M ，以(mg/L)表示。

$$c_M = \frac{V_0 \times (c - c_0)}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c_M ——待测元素含量，单位为质量浓度(mg/L)；

c ——试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

c_0 ——空白试液中待测元素浓度值，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V_0 ——被测试液的定容体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——被测溶液的实际体积，单位为毫升(mL)。

9.2 分析结果的表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于允许差，则取算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于允许差，则按照附录A的规定追加测量次数并确定分析结果。分析结果以质量分数表示，按GB/T 8170的规定修约至与允许差小数相同位数。

10 允许差

同一试样的两次独立测定结果的差值的绝对值应不大于表4的允许差。

表 4 允许差

元素	含量 (mg/L)	允许差 (mg/L)
钒	0.001~0.030	0.0010
	>0.030~0.100	0.0020
	>0.100~0.500	0.0050
	>0.500~1.000	0.0080
钛	0.001~0.030	0.0010
	>0.030~0.100	0.0020
镉	0.001~0.030	0.0010
	>0.030~0.100	0.0020
铬	0.001~0.030	0.0010
	>0.030~0.100	0.0020
	>0.100~0.500	0.0050
	>0.500~1.000	0.0080
砷	0.001~0.030	0.0010
	>0.030~0.100	0.0020
铅	0.001~0.030	0.0010
	>0.030~0.100	0.0020
汞	0.001~0.030	0.0010
	>0.030~0.100	0.0020
磷	0.002~0.030	0.0010
	>0.030~0.100	0.0020
	>0.100~0.500	0.0050
	>0.500~1.000	0.0080

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a) 实验室名称和地址；

b) 试验报告发布日期；

c) 采用的文件；

d) 样品识别必要的详细说明；

e) 分析结果；

f) 结果的测定次数；

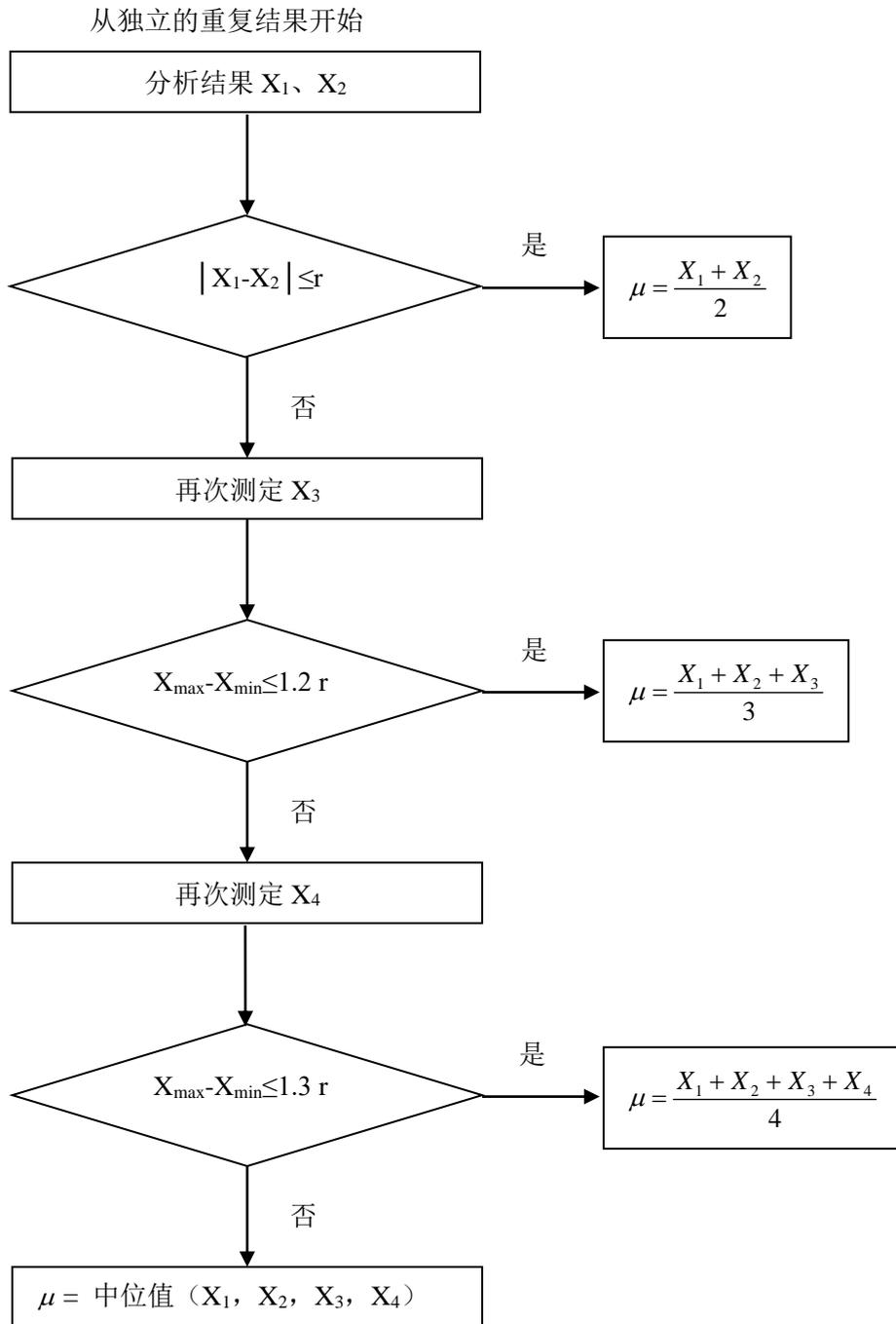
g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录A

(规范性)

试样分析结果接受程序流程图

A.1为试样分析值接受程序流程图。



A.1 试样分析值接受程序流程图

附录B
(资料性)
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：河钢股份有限公司承德分公司、河钢承德钒钛新材料有限公司、河北石油职业技术大学

本文件主要起草人：刘多宇、高树峰、张国伟、王宝华、王敏、张玉平、刘北、沈菲、薛平、祝锬、任志稳、胡志伟、吕慧

参考文献

- [1] GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义
- [2] GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法的重复性与再现性的基本方法