

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 807-2016

水质 钼和钛的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

**Water quality-Determination of molybdenum and titanium
by graphite furnace atomic absorption spectrophotometry**

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2016-06-24发布

2016-08-01实施

环 境 保 护 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.....	1
7 仪器和设备.....	3
8 样品.....	3
9 分析步骤.....	4
10 结果计算与表示.....	5
11 精密度和准确度.....	6
12 质量保证和质量控制.....	7
13 废物处理.....	7
14 注意事项.....	7
附录 A（资料性附录）标准加入法.....	8
附录 B（资料性附录）方法精密度和准确度.....	9

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中钼和钛的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中钼和钛的石墨炉原子吸收分光光度法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：南京市环境监测中心站。

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、南京市自来水公司水质监测中心、常州市环境监测中心、镇江市环境监测中心站、泰州市环境监测中心站。

本标准环境保护部 2016 年 6 月 24 日批准。

本标准自 2016 年 8 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 钼和钛的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定水中钼和钛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、生活污水和工业废水中钼和钛的测定。

本方法钼的检出限为 0.6 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 2.4 $\mu\text{g/L}$ ；钛的检出限为 7 $\mu\text{g/L}$ ，测定下限为 28 $\mu\text{g/L}$ 。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 可溶性钼、可溶性钛

指未经酸化的样品经 0.45 μm 孔径滤膜过滤后所测定的钼或钛的含量。

3.2 总钼、总钛

指未经过滤的样品经消解后所测定的钼或钛的含量。

4 方法原理

样品经过滤或消解后，注入石墨炉原子化器中，经干燥、灰化和原子化，成为基态原子蒸气，对元素空心阴极灯或无极放电灯发射的特征谱线产生选择性吸收。在一定浓度范围内，其吸光度与元素的质量浓度成正比。

5 干扰和消除

5.1 样品中 SO_4^{2-} 浓度大于或等于 500 mg/L 时，对钼的测定产生负干扰。加入硝酸钡-硝酸镁基体改进剂或参照附录 A 标准加入法可消除干扰。

5.2 本方法测量条件下，样品中含 10 mg/L 以下的 Ag、Al、As、B、Ba、Be、Bi、Cd、Co、Cr、Cs、Cu、Fe、Hg、Mn、Ni、Pb、Sb、Se、Sn、Sr、Tl、Zn 和 1000 mg/L 以下的 K、Na、Ca、Mg 对测量无显著影响。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。实验用水为新制备的去离子水或同等纯度的水。

6.1 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

6.2 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

6.3 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

6.4 过氧化氢： $\omega(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$ 。

6.5 硝酸钼 $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ ：优级纯。

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

6.7 七钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ：优级纯。

6.8 钛：光谱纯，质量分数 $\geq 99.99\%$ 。

6.9 硝酸溶液：1+1 (v/v)，用(6.1)配制。

6.10 硝酸溶液：1+99 (v/v)，用(6.1)配制。

6.11 盐酸溶液：1+1 (v/v)，用(6.2)配制。

6.12 硝酸钼-硝酸镁混合溶液。

称取 0.5 g (精确至 0.01 g) 硝酸钼(6.5)，用 1 ml 硝酸(6.1)溶解。称取 0.2 g (精确至 0.01 g) 硝酸镁(6.6)，用适量实验用水溶解。将两种溶液混合，用实验用水定容至 100 ml。

6.13 钼标准溶液

6.13.1 钼标准贮备液： $\rho(\text{Mo}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 1.840 g (精确至 0.0001 g) 七钼酸铵(6.7)，用适量实验用水溶解后全量转入 1000 ml 容量瓶中，用实验用水稀释定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中，于 4℃ 以下冷藏可保存 2 年。亦可使用市售有证标准溶液。

6.13.2 钼标准中间液： $\rho(\text{Mo}) = 50.0 \text{ mg/L}$ 。

移取 5.00 ml 钼标准贮备液(6.13.1)于 100 ml 容量瓶中，用硝酸溶液(6.10)稀释定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中，于 4℃ 以下冷藏可保存 1 年。

6.13.3 钼标准使用液： $\rho(\text{Mo}) = 500 \mu\text{g/L}$ 。

移取 1.00 ml 钼标准中间液(6.13.2)于 100 ml 容量瓶中，用硝酸溶液(6.10)稀释定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中，于 4℃ 以下冷藏可保存 6 个月。

6.14 钛标准溶液

6.14.1 钛标准贮备液： $\rho(\text{Ti}) = 1000 \text{ mg/L}$ 。

准确称取 1 g (精确至 0.0001 g) 钛(6.8)，加入 200 ml 盐酸溶液(6.11)，加热至近 100℃ 使其溶解，冷却后全量转入 1000 ml 容量瓶中，用实验用水稀释定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中，于 4℃ 以下冷藏可保存 2 年。亦可使用市售有证标准溶液。

6.14.2 钛标准中间液： $\rho(\text{Ti}) = 50.0 \text{ mg/L}$ 。

移取 5.00 ml 钛标准贮备液(6.14.1)于 100 ml 容量瓶中，用硝酸溶液(6.10)稀释定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中，于 4℃ 以下冷藏可保存 1 年。

6.14.3 钛标准使用液： $\rho(\text{Ti}) = 2.50 \text{ mg/L}$ 。

移取 5.00 ml 钛标准中间液(6.14.2)于 100 ml 容量瓶中，用硝酸溶液(6.10)稀释定容至标线，摇匀。转入聚乙烯瓶中，于 4℃ 以下冷藏可保存 6 个月。

6.15 氩气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6.16 水系微孔滤膜：0.45 μm 孔径。

7 仪器和设备

- 7.1 石墨炉原子吸收分光光度仪：具有塞曼背景校正器。
- 7.2 石墨管：热解涂层石墨管（市售商品）。
- 7.3 电热板：具有温控功能，温控范围 90℃~200℃，温度精度±5℃。
- 7.4 微波消解仪：具有可编程控制功能，输出功率 600 W~1500 W，温度精度±2.5℃。配备具有自动泄压功能的微波消解罐。
- 7.5 分析天平：感量为 0.1 mg。
- 7.6 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品的采集

样品采集按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定执行。

8.2 样品的保存

8.2.1 可溶性钼或可溶性钛样品

样品采集后用水系微孔滤膜（6.16）过滤，弃去初始滤液 50 ml，立即加入适量硝酸溶液（6.9）酸化滤液至 pH 值为 1~2，于 14 d 内完成分析测定。

8.2.2 总钼或总钛样品

样品采集后立即加入适量硝酸溶液（6.9）酸化样品至 pH 值为 1~2，于 14 d 内完成分析测定。

8.3 试样的制备

可溶性钼或可溶性钛样品直接测定。总钼或总钛试样须消解处理。

8.3.1 总钼试样的制备

8.3.1.1 电热板消解

移取 50.0 ml 摇匀后的样品（8.2.2）于 100 ml 烧杯中，加入 5 ml 硝酸（6.1），盖上表面皿，于电热板上 95℃±5℃加热蒸发至溶液剩余 2 ml~3 ml，冷却，视消解情况可继续加入硝酸（6.1），每次 3 ml，重复上述消解过程，直至不再有棕色烟雾产生，冷却。缓慢加入 3 ml 过氧化氢（6.4），盖上表面皿，于电热板上 95±5℃加热回流，视情况可继续加入过氧化氢（6.4），每次 1 ml，直至只有细微气泡或外观不再发生变化，移去表面皿，将溶液蒸发至近干，冷却。加入 1 ml 硝酸溶液（6.9），用实验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，用实验用水定容至标线，摇匀。如果试样中有不溶颗粒，可静置或用水系微孔滤膜（6.16）过滤，取澄清液贮存于聚乙烯瓶中。

8.3.1.2 微波消解

移取 25.0 ml 摇匀后的样品（8.2.2）于微波消解罐中，加入 5 ml 硝酸（6.1）和 1 ml 过氧化氢（6.4），静置 30 min 后进行微波消解，10 min 由室温升至 170℃±5℃，保持温度 10 min。消解完毕并冷却至室温后，移至电热板上于 95℃±5℃加热蒸发至近干，冷却。加入 0.5 ml 硝酸溶液（6.9），用实验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，用实验用水定容至标线，摇匀。如果试样中有不溶颗粒，可静置或用水系微孔滤膜（6.16）过滤，取澄清液贮存于聚乙烯瓶中。

注 1：微波消解罐中溶液总体积不得超过仪器规定的限值。

注 2：取样体积和试样制备后的定容体积可根据样品浓度适当调整。

8.3.2 总钛试样的制备

8.3.2.1 电热板消解

移取 50.0 ml 摇匀后的样品（8.2.2）于 100 ml 烧杯中，加入 5 ml 硝酸（6.1），盖上表面皿，于电热板上 $95^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 加热蒸发至溶液剩余 2 ml ~3 ml，冷却，视消解情况可继续加入硝酸（6.1），每次 3 ml，重复上述消解过程 1 次~2 次。如果消解液清亮透明或外观不再发生变化，移去表面皿，将溶液蒸发至近干，冷却；如果消解液浑浊不清，加入 5 ml 硫酸（6.3），盖上表面皿，于电热板上 $95^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 加热回流，视情况可继续加入硝酸（6.1），每次 3 ml，直至不再有棕色烟雾产生。升高温度至 $200^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，加热回流至出现 SO_3 白烟，且溶液清亮或外观不再发生变化，移去表面皿，将溶液蒸发至近干，冷却。

加入 1 ml 硝酸溶液（6.9），用实验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，用实验用水定容至标线，摇匀。如果试样中有不溶颗粒，可静置或用水系微孔滤膜（6.16）过滤，取澄清液贮存于聚乙烯瓶中。

8.3.2.2 微波消解

可参照 8.3.1.2 进行操作。如果消解后试样浑浊不清，加入 3 ml 硫酸（6.3），加盖，于电热板上 $95^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 加热回流，视情况可继续加入硝酸（6.1），每次 2 ml，直至不再有棕色烟雾产生。升高温度至 $200^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，加热回流至出现 SO_3 白烟，且溶液清亮或外观不再发生变化，开盖，将溶液蒸发至近干，冷却。加入 0.5 ml 硝酸溶液（6.9），用实验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，用实验用水定容至标线，摇匀。如果试样中有不溶颗粒，可静置或用水系微孔滤膜（6.16）过滤，取澄清液贮存于聚乙烯瓶中。

8.4 实验室空白试样的制备

以同批次实验用水代替样品，按照试样制备（8.3）的相同步骤制备实验室空白试样。

9 分析步骤

9.1 仪器参考条件

根据仪器使用说明书选择最佳测量条件。仪器参考测量条件见表 1。

表 1 参考测量条件

测定元素	钼 (Mo)	钛 (Ti)
光源	钼空心阴极灯	钛空心阴极灯
灯电流(mA)	7	20
测定波长(nm)	313.3	365.4
通带宽度(nm)	0.5	0.2
干燥温度($^{\circ}\text{C}$)/干燥时间(s)	85~125/55	85~125/55
灰化温度($^{\circ}\text{C}$)/灰化时间(s)	1200/15	1400/20
原子化温度($^{\circ}\text{C}$)/原子化时间(s)	2800/3.0	2800/5.5

清除温度(°C)/清除时间(s)	2850/2	2850/2
氩气流速(ml/min)	300	300
原子化阶段是否停气	是	是
进样量(μl)	20	20
背景校正方式	塞曼背景校正	塞曼背景校正

9.2 校准曲线的绘制

9.2.1 钼校准曲线

分别移取 0.00 ml、0.25 ml、1.00 ml、2.00 ml、3.00 ml、4.00 ml 和 5.00 ml 钼标准使用液（6.13.3）于一组 50 ml 容量瓶中，用硝酸溶液（6.10）定容至标线，摇匀。此标准系列中钼质量浓度分别为 0.0 μg/L、2.5 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、30.0 μg/L、40.0 μg/L 和 50.0 μg/L。由低浓度到高浓度依次向石墨管内注入 20 μl 标准系列，按照仪器参考条件（9.1）测量吸光度。以吸光度为纵坐标，钼标准系列质量浓度为横坐标，用线性回归法建立校准曲线。

9.2.2 钛校准曲线

分别移取 0.00 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.00 ml、3.00 ml、4.00 ml 和 5.00 ml 钛标准使用液（6.14.3）于一组 50 ml 容量瓶中，用硝酸溶液（6.10）定容至标线，摇匀。此标准系列中钛质量浓度分别为 0 μg/L、25 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、150 μg/L、200 μg/L 和 250 μg/L。由低浓度到高浓度依次向石墨管内注入 20 μl 标准系列，按照仪器参考条件（9.1）测量吸光度。以吸光度为纵坐标，钛标准系列质量浓度为横坐标，用线性回归法建立校准曲线。

9.3 空白测定

将制备好的空白试样（8.4），按照与绘制校准曲线相同的条件（9.1）和步骤（9.2）进行测定。

9.4 样品测定

将制备好的试样（8.3），按照与绘制校准曲线相同的条件（9.1）和步骤（9.2）进行测定。如果测定结果超出校准曲线范围，应将试样用硝酸溶液（6.10）稀释后重新测定。

注3：如果测量钼的样品存在SO₄²⁻干扰，进样时将5 μl硝酸钡-硝酸镁混合溶液(6.12)，分别与20 μl试样和20 μl标准系列共同注入石墨管中测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

样品中钼或钛的质量浓度 ρ 按照公式（1）进行计算：

$$\rho = \frac{\rho_1 \times f \times V_1}{V} \quad (1)$$

式中： ρ ——样品中钼或钛的质量浓度，μg/L；

ρ_1 ——由校准曲线求得试样中钼或钛的质量浓度，μg/L；

f ——试样的稀释倍数；

V ——所取样品的体积，ml；

V_1 ——试样制备后的定容体积，ml。

10.2 结果表示

10.2.1 钼的结果

当测定结果小于 10 $\mu\text{g/L}$ 时，保留小数点后 1 位；当测定结果大于或等于 10 $\mu\text{g/L}$ 时，保留三位有效数字。

10.2.2 钛的结果

当测定结果小于 100 $\mu\text{g/L}$ 时，保留至整数位；当测定结果大于或等于 100 $\mu\text{g/L}$ 时，保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

六家实验室对可溶性钼质量浓度为 1.4 $\mu\text{g/L}$ 和 6.4 $\mu\text{g/L}$ 的地表水样品和地表水加标样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 10%~16% 和 3.5%~6.4%；实验室间相对标准偏差分别为 15% 和 4.5%；重复性限分别为 0.6 $\mu\text{g/L}$ 和 1.0 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 0.8 $\mu\text{g/L}$ 和 1.2 $\mu\text{g/L}$ 。对可溶性钛质量浓度为 10 $\mu\text{g/L}$ 和 30 $\mu\text{g/L}$ 的地表水加标样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 7.1%~12% 和 4.0%~5.0%；实验室间相对标准偏差分别为 10% 和 2.5%；重复性限分别为 3 $\mu\text{g/L}$ 和 4 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 4 $\mu\text{g/L}$ 和 5 $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室对总钼质量浓度为 5.4 $\mu\text{g/L}$ 的地下水样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差为 5.3%~7.6%；实验室间相对标准偏差为 5.7%；重复性限为 1.0 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限为 1.3 $\mu\text{g/L}$ 。对总钛质量浓度为 30 $\mu\text{g/L}$ 和 52 $\mu\text{g/L}$ 的地下水加标样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 4.9%~7.0% 和 4.1%~4.9%；实验室间相对标准偏差分别为 6.0% 和 4.2%；重复性限分别为 5 $\mu\text{g/L}$ 和 7 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 7 $\mu\text{g/L}$ 和 9 $\mu\text{g/L}$ 。

六家实验室对总钼质量浓度为 8.0 $\mu\text{g/L}$ 和 27.6 $\mu\text{g/L}$ 的废水样品和废水加标样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 4.5%~5.6% 和 4.5%~5.8%；实验室间相对标准偏差分别为 4.3% 和 3.4%；重复性限分别为 1.2 $\mu\text{g/L}$ 和 4.0 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 1.5 $\mu\text{g/L}$ 和 4.5 $\mu\text{g/L}$ 。对总钛质量浓度为 30 $\mu\text{g/L}$ 和 223 $\mu\text{g/L}$ 的废水样品和废水加标样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 5.3%~7.9% 和 2.6%~2.9%；实验室间相对标准偏差分别为 6.1% 和 1.7%；重复性限分别为 6 $\mu\text{g/L}$ 和 18 $\mu\text{g/L}$ ；再现性限分别为 8 $\mu\text{g/L}$ 和 20 $\mu\text{g/L}$ 。

11.2 准确度

六家实验室对浓度为 161 $\mu\text{g/L} \pm 18 \mu\text{g/L}$ 的钼有证标准样品和浓度为 503 $\mu\text{g/L} \pm 49 \mu\text{g/L}$ 的钛有证标准样品进行了测定：相对误差分别为 -6.2%~0% 和 -3.4%~2.4%，相对误差最终值分别为 -3.1% $\pm 4.8\%$ 和 -1.0% $\pm 4.0\%$ 。

六家实验室对地表水样品进行了加标回收测试：钼加标回收率为 95.8%~106%，加标回收率最终值为 101% $\pm 8.2\%$ 。钛加标回收率为 97.5%~103%，加标回收率最终值为 101% $\pm 4.2\%$ 。

六家实验室对地下水样品进行了加标回收测试：钼加标回收率为 97.3%~104%，加标回收率最终值为 101% $\pm 4.2\%$ 。钛加标回收率为 96.1%~109%，加标回收率最终值为

101%±8.0%。

六家实验室对废水样品进行了加标回收测试：钼加标回收率为 91.8%~103%，加标回收率最终值为 97.1%±7.4%。钛加标回收率为 91.0%~101%，加标回收率最终值为 96.5%±5.4%。

精密度和准确度数据汇总见附录 B。

12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品分析须绘制校准曲线。校准曲线至少包含 6 个浓度系列点（含零点），相关系数应大于或等于 0.999。每分析 10 个样品应进行一次校准曲线零点和中间点浓度的核查，测试结果的相对偏差应小于或等于 10%。否则，应重新绘制校准曲线。

12.2 每批样品至少测定 2 个实验室空白，空白值应低于方法检出限。否则应检查实验用水质量、试剂纯度、器皿洁净度、仪器性能及环境条件等。

12.3 每批样品须做 10%的平行双样分析。样品数量少于 10 个时，须至少测定 1 个平行双样。两次平行测定结果相对偏差应小于或等于 25%。

12.4 每批样品须做 10%的加标样分析。样品数量少于 10 个时，须至少测定 1 个加标样。加标回收率应控制在 70%~130%范围内。

12.5 必要时，实验室可使用有证标准物质控制测量的准确性，有证标准物质测定结果应在其给出的不确定度范围内。

13 废物处理

实验中产生的废液应置于密闭容器中集中收集和保管，委托有资质的单位进行处理。

14 注意事项

14.1 用硝酸-硫酸消解的试样不能用于本方法钼的测定。

14.2 高浓度样品测量后，石墨管增加空烧次数以消除记忆效应。

14.3 实验所用器皿使用前须用硝酸溶液（6.9）浸泡至少 12 h，并依次用自来水和实验用水洗净。

附录 A

(资料性附录)

标准加入法

A.1 校准曲线绘制方法

将等量样品分别加入相同体积的一个空白和三个已知不同浓度的标准系列中,假定样品浓度为 C_x , 加入标准的最小浓度 $C_0 \approx 0.5C_x$, 四份试样的浓度分别为: C_x 、 C_x+C_0 、 C_x+2C_0 、 C_x+3C_0 。在相同条件下依次测定四份试样的吸光度,以吸光度为纵坐标,加入标准溶液的浓度为横坐标,绘制校准曲线,曲线反向延伸与横坐标的交点即为样品的浓度。标准加入法校准曲线示意图见图 A.1。

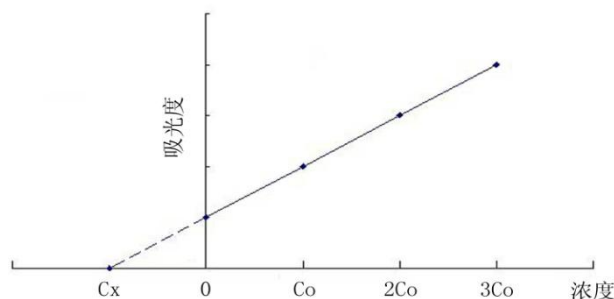


图 A.1 标准加入法校准曲线示意图

A.2 适用性判断

绘制校准曲线。测定样品吸光度为 A , 从校准曲线上查得浓度为 x 。向样品中加入标准溶液,浓度为 s , 测定吸光度为 B , 从校准曲线上查得浓度为 y 。按照下式计算样品含量 c :

$$c = \left(\frac{s}{y-x} \right) \times x$$

当基体效应不存在时, $\frac{s}{y-x} = 1$, 即 $c = x$, 此时可用校准曲线法。当基体效应存在时,

$\frac{s}{y-x} \neq 1$, $\frac{s}{y-x}$ 在 0.5~1.5 之间时, 可用标准加入法。当基体效应非常明显时, $\frac{s}{y-x}$ 超出

0.5~1.5 范围, 标准加入法不适用。

A.3 注意事项

A.3.1 本方法只适用于样品浓度与吸光度呈线性的区域。

A.3.2 加入标准溶液所引起的体积误差不应超过 0.5%。

A.3.3 本方法只能消除基体效应造成的影响, 不能消除背景吸收的影响。

附录 B
(资料性附录)
方法精密度和准确度

六家实验室测定的精密度和准确度汇总结果见表 B.1、B.2 和 B.3。

表 B.1 精密度汇总

测定项目	样品类型	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	实验室内相对 标准偏差(%)	实验室间相对 标准偏差(%)	重复性限 r ($\mu\text{g/L}$)	再现性限 R ($\mu\text{g/L}$)
可溶性钼	地表水	1.4	10~16	15	0.6	0.8
	地表水加标样	6.4	3.5~6.4	4.5	1.0	1.2
总钼	地下水	5.4	5.3~7.6	5.7	1.0	1.3
	废水	8.0	4.5~5.6	4.3	1.2	1.5
	废水加标样	27.6	4.5~5.8	3.4	4.0	4.5
可溶性钛	地表水加标样	10	7.1~12	10	3	4
		30	4.0~5.0	2.5	4	5
总钛	地下水加标样	30	4.9~7.0	6.0	5	7
		52	4.1~4.9	4.2	7	9
	废水	30	5.3~7.9	6.1	6	8
	废水加标样	223	2.6~2.9	1.7	18	20

表 B.2 准确度汇总 (有证标准物质测试)

元素	有证标准物质浓度($\mu\text{g/L}$)	测定总均值($\mu\text{g/L}$)	相对误差(%)	相对误差最终值(%)
钼	161 \pm 18	156	-6.2~0	-3.1 \pm 4.8
钛	503 \pm 49	498	-3.4~2.4	-1.0 \pm 4.0

表 B.3 准确度汇总 (实际样品加标回收测试)

测定项目	样品类型	样品浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)	加标回收率最终值 (%)
可溶性钼	地表水	1.4	5.0	95.8~106	101 \pm 8.2
总钼	地下水	5.4	5.0	97.3~103	101 \pm 4.6
		5.4	10.0	98.4~104	101 \pm 4.2
	废水	8.0	10.0	93.9~103	99.0 \pm 7.8
		8.0	20.0	91.8~102	97.6 \pm 7.4
		8.0	30.0	92.1~98.6	94.7 \pm 5.0
可溶性钛	地表水	ND	30	97.5~103	101 \pm 4.2
总钛	地下水	ND	30	96.1~105	99.9 \pm 8.4
		ND	50	98.7~109	103 \pm 7.4
	废水	30	20	91.0~101	97.0 \pm 7.0
		30	100	91.0~98.7	95.9 \pm 5.4
		30	200	93.8~99.0	96.5 \pm 4.0