

氢化物发生-ICP-AES 测定聚合氯化铝中的铅

周智勇^① 王建容

(绵阳市水务集团水质检测中心 四川省绵阳市 621000)

摘要 采用氢化物发生-ICP-AES 法测定净水剂聚合氯化铝中的微量铅, 优化 ICP 光谱仪的工作条件, 方法检出限 0.05mg/kg, 测定下限 0.5mg/kg, 回收率 97%—108%, 结果令人满意。

关键词 氢化物发生, 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 铅, 聚合氯化铝。

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2007)03-0435-03

1 前言

聚合氯化铝是目前自来水工业采用的主流净水药剂, 它的质量直接关系到千家万户的饮用水安全。其中, 毒害物质铅又因为其蓄积性和剧毒性受到广泛关注。由于铅元素在净水剂中含量较低, 加之聚合氯化铝的成分复杂, 基体干扰严重, 采用沉淀、富集的方法难以得到准确结果。采用氢化物发生-ICP-AES 法能很好的消除干扰(基体干扰和光谱干扰), 通过对条件的优化, 其方法检出限 0.05mg/kg, (仪器检出限 0.5ng/mL) (空白溶液 $n=11$)。该方法用于聚合氯化铝中铅的测定, 结果令人满意。

2 实验方法

2.1 仪器及工作条件

Atomscan Advantage ICP-AES(美国热电公司);
氢化物发生器(美国热电公司);
AE-100 电子天平(瑞士梅特勒公司)精度: $\pm 0.1\text{mg}$ 。
工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

RF 功率(W)	辅助气流量(L/min)	雾化气流量(L/min)	积分时间(s)	分析波长(nm)
1150	1.0	0.8	10	220.35

2.2 试剂及标准溶液

盐酸、硝酸均为优级纯; 试验室用水为二次去离子水(18.2M Ω /cm)。

2% KBH₄-0.5% NaOH: 称取 10.00g 分析纯硼氢化钾; 称取 2.50g 分析纯氢氧化钠溶于 500mL 纯水中。

10% 铁氰化钾: 称取 10.00g 分析纯铁氰化钾溶于 100mL 水中。

^① 联系人, 电话: (0816) 2680227(办); E-mail: axatz@163.com

作者简介: 周智勇(1970—), 男, 四川省绵阳市人, 工程师, 从事化学和光谱分析工作。

收稿日期: 2007-01-15; 接受日期: 2007-02-02

标准储备溶液: 铅标准溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)(国家钢铁材料测试中心)。

标准工作溶液(10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 将标准储备溶液稀释成浓度为 10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液。

2.3 样品处理

准确称取样品 10g(准确至 0.0001g), 加入 10mL 硝酸, 盖上表面皿。在电炉上加热消解 10min, 冷却至室温, 用去离子水定容至 500mL。

2.4 测定方法

校准曲线绘制: 吸取 Pb 标准工作溶液(10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 0, 0.50, 1.00, 2.50, 5.00mL 到 50mL 容量瓶中, 各加入 1.00mL 浓盐酸, 分别加入 4.00mL 10% 铁氰化钾溶液, 用去离子水稀释至刻度。放置 1h 后测定。

样品测定: 将处理好的样品各取 25.00mL 至 50mL 容量瓶中, 并用 1% 的 NaOH 溶液调节 pH 值为中性, 下一步骤与校准曲线测定一致。

3 结果与讨论

3.1 仪器条件选择

功率选择: 实验表明, 当功率为 1150W 时测定 Pb, 其发射强度大且稳定。

雾化气流量: 实验表明, 雾化气流量最佳范围为 0.8—0.95L/min, 本法选择 0.8L/min。

试样进样量选择: 实验表明, 样品与 KBH_4 进样量均为 2.2mL/min 为最佳。

样品酸度: 样品最佳盐酸浓度为 1.5%—3.0%(V/V), 本法选择盐酸浓度为 2.0%(V/V)

KBH_4 浓度: 样品最佳 KBH_4 浓度为 1.5%—2.0%, 本法选择 KBH_4 浓度为 2.0%

3.2 样品处理方法研究

实验表明, 采用 HNO_3 处理样品, 优于 HCl 、 H_2SO_4 。

3.3 检出限及测定下限

按照国际理论与应用化学联合会(IUPAC)的规定, 测定空白溶液 11 次, 用 3σ 计算仪器检出限, 方法检出根据称样质量及定容体积, 以仪器检出限乘以稀释倍数计算。结果见表 2。

表 2 仪器检出限和方法检出限

元素名称	波长 (nm)	仪器检出限 (ng/mL)	方法检出限 (mg/kg)
Pb	220.35	0.5	0.05

将标准溶液逐级稀释, 测定线性范围内的实际检测下限: 仪器测定下限值为 5ng/mL, 方法测定下限为 0.5mg/kg。

表 3 回收率实验结果 (mg/kg)

样品含量	加入标准量	测定结果	回收率(%)	RSD(%, n=6)
1.08	0.5	1.62	108	2.2
1.08	1.0	2.05	97	1.8
1.08	2.5	3.55	98.8	1.1

3.4 样品回收率实验及相对标准偏差

对聚合氯化铝样品加入一定量的标准元素进行回收实验, 结果见表 3。

3.5 样品分析

对绵阳市两个不同批次的聚合氯化铝样品中 Pb 进行分析, 测试结果见表 4。

表 4 样品分析结果

(mg/kg)

样品名称	绵涪 1 号	绵涪 2 号
结果	1.08	0.95

参考文献

- [1] 邓跃全, 董发勤, 马铃, 周智勇. 纤维矿物粉尘与生物物质作用液中 Ca、Mg、Zn、Mn、Al、K、Si、Fe、P 元素的 ICP-AES 测定[J]. 光谱实验室, 2003, 20(6): 880—883.
- [2] 宋文娇, 赵承易, 赵晓明. 氢化物发生-电感耦合等离子体原子发射光谱的顶生物样品中的痕量铅[J]. 现代仪器, 2003, (1): 22—24.
- [3] 邓跃全, 马铃, 周智勇. 生活饮用水中微量元素的 ICP-AES 测定[J]. 国外分析仪器技术与应用, 2001, (1): 74—76.

Determination of Lead in Poly Aluminium Chloride by Hydride Generation-ICP-AES

ZHOU Zhi-Yong WANG Jian-Rong

(Inspect Centre, Mianyang Municipal Water Works Corporation, Mianyang, Sichuan 621000, P. R. China)

Abstract The micro-lead in the sample which come from water treatment chemical poly aluminium chloride were determined by hydride generation-ICP-AES. The work conditions of ICP spectrometer were optimized. The detection limit is 0.05mg/kg, the recovery of the method is in the range of 97%—108%. The result is satisfactory.

Key words Hydride Generation, ICP-AES, Lead, Poly Aluminium Chloride.

致本期及以往各期每篇论文的联系 人拟赠《光电光谱分析》一书的通知

各有关同志:

《光电光谱分析》是我们编辑出版的一套丛书, 共分 4 册(净重 1.7kg), 主要内容如下文所述。如果你认为对你有参考价值的话, 可以赠送你一套(邮资自付, 普通印刷品 8 元, 挂号另加 3 元, 请用邮票支付), 有意者来信告知收件人和详细地址, 同时将邮票放在信中挂号寄来。

《光谱实验室》编辑部

电话: (010) 62452937, 电邮: gpsys@263.net; gpsys81@citiz.net; gpsysh@public.sti.ac.cn,

联系地址: 北京市 81 信箱 66 分箱 《光谱实验室》编辑部联络处 刘建林, 邮编: 100095

《光电光谱分析》主要内容如下:

本书(增刊)由周开亿主编, 韦雅文、谢荣厚等为技术顾问。由《光谱实验室》编辑部编辑, 已出版。1 套 4 册, 16 开, 共 1236 页, 185 万字。

第 1 册: 光电光谱分析原理, 30 万字。论述了光电光谱分析的特点和应用范围、激发光源、分光系统、接收系统、计算机、定量分析方法、数据处理等。主要执笔者为南开大学翁永和教授。

第 2 册: 光电光谱仪, 70 万字。介绍了国产的和进口的(美、英、日、德、瑞士等国)光电光谱仪的仪器结构, 特点, 功能, 软件, 日常操作等。由各个公司提供材料, 主要执笔者有长城铝业公司金海泉高级工程师、贵阳钢厂李锦光高级工程师、华山机械厂郝庚民高级工程师、天津师范大学高宝岩副教授、本溪钢铁公司张宝森、周玉臣高级工程师、大连耐酸泵厂王春德高级工程师、钢铁研究总院谢荣厚教授等。

第 3 册: 光电光谱分析方法和应用, 65 万字。其中有钢铁分析、有色金属分析、地质物料分析、化工环保试样分析、同位素分析等。主要执笔者由钢铁研究总院韦雅文高级工程师、本溪钢铁公司张宝森、周玉臣高级工程师、沈阳有色金属加工厂梁愚铃高级工程师、河南岩石矿物测试中心陈方伦高级工程师、北京铀矿地质研究所谭世源高级工程师、复旦大学杨之昌教授等。

第 4 册: 附录. 光电光谱分析简明手册, 20 万字。介绍了从事光电光谱分析常用的物理-化学常数, 常用分析线波长, 谱线和背景干扰状况, 试样化学处理方法, 计量单位的换算等。由沈阳有色金属加工厂梁愚铃高级工程师编写, 中国科学院物理研究所赵玉珍研究员等审校。

本书(增刊)比较全面地总结了三十年来我国光电光谱分析工作的经验, 比较集中地反映了各种高新技术和电子计算机在光谱分析中的应用, 是理论与实际密切结合并兼有手册性的著作。

《光电光谱分析》1 套 4 册, 价值 110 元。