

地下水水质检验方法
催化极谱法测定铅

DZ/T 0064.35-93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了催化极谱法测定铅的方法。

本标准适用于地下水中铅的测定。最低检测量为 $0.05\mu\text{g}$ 。其测定范围为 $0.5\sim 2\,000\mu\text{g/L}$ 。

水中一般的共存离子均不干扰测定。但锡、砷、硒、碲严重干扰测定,可在样品处理时,加入一定量的氢碘酸蒸干1~2次,使其挥发而消除干扰。底液中的离子强度不能过高,过高时对铅波会产生一定的影响,如钛、铁、铝、钾、钠、铵等离子浓度过高,使铅波受到抑制,当钙、钠含量大于 200mg/L 时,不宜加大浓缩倍率。遇此情况,可用标准加入法或用巯基棉分离富集铅离子后再进行测定。

2 方法提要

在乙醇-碘化钾-钒(VI)-抗坏血酸溶液中,铅离子与碘化钾作用,形成络合物,当其在滴汞电极上还原时,首先被吸附在汞滴上得到电子,还原成零价。新生态的零价铅,迅速被反应层中的钒(VI)氧化,生成 PbI_4^{2-} ,经循环作用,使电极表面物质的还原电流聚集,从而提高铅的测定灵敏度。

3 仪器

3.1 极谱仪。

3.2 三电极(滴汞、饱和甘汞、铂丝)。

4 试剂

4.1 氢碘酸(HI), $\rho=1.66\text{g/mL}$ 。

4.2 盐酸溶液(1+2)。

4.3 乙醇溶液(6%):取无水乙醇 6mL 以蒸馏水稀释至 100mL。

4.4 碘化钾溶液(400g/L)。

4.5 抗坏血酸。

4.6 钒(VI)溶液:称取偏钒酸铵(NH_4VO_3)5.85g 于 250mL 烧杯中,加入硫酸溶液(10%)100mL,搅匀,加入抗坏血酸 2g,温热并搅拌至溶液呈透明的深天蓝色,贮存于滴瓶中备用。

4.7 铅标准贮备溶液:准确称取金属铅(光谱纯)0.100 0g,溶于硝酸溶液(1+1)20mL 中,用二次蒸馏水定容至 1 000mL,此溶液 1mL 含 0.10mg 铅。

4.8 铅标准溶液:取铅的标准贮备溶液(4.7)经逐级稀释至 1mL 含 $0.10\mu\text{g}$ 铅。

5 分析步骤

5.1 样品分析

5.1.1 移取 $\text{pH}\leq 2$ 的硝酸酸化水样 100.0mL 于 150mL 烧杯中,在低温电热板上蒸发至小体积。以少量亚沸蒸馏水吹洗杯壁,继续加热至干,滴加氢碘酸(4.1)4 滴,再次蒸干,取下。

5.1.2 加盐酸溶液(4.2)数滴,至残渣完全溶解。加乙醇溶液(4.3)10mL,碘化钾溶液(4.4)4滴,抗坏血酸(4.5)1mg,待黄色退去,再加钒(VI)溶液(4.6)4滴,混匀。将溶液倒入10mL电解池中,插入三电极(3.2),于起始电位-0.35V作导数极谱图,记录峰电流值。

5.2 空白试验

取2只150mL的烧杯加入少量亚沸蒸馏水,滴加氢碘酸(4.1)4滴在低温电热板上蒸干,以下步骤按5.1.2进行。

5.3 标准曲线的绘制

准确分取铅标准(4.8)0.05、0.10……2.00 μ g于一系列50mL烧杯中,加氢碘酸(4.1)4滴,在低温电热板上蒸干。以下步骤按5.1.2进行。以铅离子浓度对峰电流值,绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算铅的质量浓度:

$$P(\text{mg/L}) = \frac{m}{V}$$

式中: m ——从标准曲线上查得的峰高 μ g,

V ——取水样体积,mL。

7 精密度和准确度

同一实验测定铅含量为25 μ g/L的水样10次,相对标准偏差为6.57%,回收率为90%~115%。



附录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 在本实验条件下,常规波因有底液空白,痕量铅波不明晰,灵敏度差。而导数波的波形清晰,效果较好。

A2 底液中有少量的乙醇存在时,可抑制底液的背景电流,铅的催化电流随乙醇量的增加稍有降低,为抑制底液中的背景电流,又能保持较高的灵敏度,以控制乙醇浓度在 5%~7%为好。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由河南省地矿厅环境地质总站负责起草。

本标准主要起草人吕水明。