

原子荧光光谱法测定净水剂聚氯化铝中铅含量

一、方法提要

试样用水溶解后，在酸性介质中，试样中的铅被硼氢化钾（ KBH_4 ）还原成铅的挥发性氢化物，由载气（氩气）带入原子化器中，在氩氢火焰中原子化，在特制空心阴极灯的照射下，基态铅原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与铅含量成正比，与标准系列比较定量。

二、试剂和材料

除特别注明外，所用试剂均为优级纯，所用水均为通过超纯水机处理后的超纯水，电阻率不低于 $18.2 \text{ M } \Omega \cdot \text{cm}$ ，所有实验用玻璃器皿使用前都经过 5%（v/v）硝酸浸泡 24 h，然后用去离子水冲洗干净、备用。

2.1 硝酸。

2.2 氢氧化钾。

2.3 铁氰化钾。

2.4 硼氢化钾。

2.5 草酸溶液（40 g/L）：称取 4g 草酸于 100 mL 水中，不断搅拌至完全溶解。

2.6 硝酸（1+1）：取一份水，一份硝酸，混匀。

2.7 硼氢化钾-氢氧化钾-铁氰化钾溶液：称取 2.5 g 氢氧化钾于盛有 500 mL 水的烧杯中，溶解后，加入 5 g 铁氰化钾和 7.5 g 硼氢化钾，不断搅拌至完全溶解，将溶液贮存于聚乙烯瓶中。

2.8 铅标准溶液：用浓度为 $1000 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的铅标准储备液逐级稀释成 $10.00 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的铅标准中间液和 $1.00 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的铅标准使用液。

2.9 高纯氩气，纯度 $\geq 99.99\%$ 。

三、仪器、设备

3.1 原子荧光光谱仪（北京金索坤技术开发有限公司）。

3.2 铅元素高性能空心阴极灯。

3.3 分析天平（精度为 0.1g、0.1mg）。

3.4 超纯水制备系统。

3.5 实验室常规玻璃器皿。

四、分析步骤

1、样品预处理

称取约 1g（精确到 0.0001g）固体被测样品于 100 mL 烧杯中，加入少量水使其完全溶解，将溶液转移至 100 mL 容量瓶中并用水稀释至刻度。分取 5 mL 被测样品水溶液于 100 mL 容量瓶中，后加入 2 mL（1+1）硝酸及 10 mL 草酸溶液，并用水稀释至刻度，此溶液待测。

2、标准曲线的绘制

准确吸取 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的铅标准溶液 0.00 mL（空白）、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.50 mL 于五个 100 mL 容量瓶中，分别加入 2 mL（1+1）硝酸及 10 mL 草酸溶液并用水稀释至刻度，即此标准系列溶液中铅的质量浓度分别为 0.00、5.00、10.00、15.00、25.00 $\mu\text{g/L}$ ，摇匀待测。

3、测定

开机设置好各项参数，待仪器稳定后方可进行测定。测定时，将标准系列溶液、供试液导入仪器中进行测定，测定供试液中待测元素含量。

五、结果计算

样品中铅含量按下式进行计算，数值以%表示：

$$\omega_B / (\%) = \frac{\rho_B \times V_2 \times V_s}{m_s \times V_1} \times 10^{-7}$$

式中： ω_B —被测元素的含量，其中 B 指被测元素，此处指铅；

ρ_B —从工作曲线上查得测试试液中被测元素的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

V_s —试样溶液的总体积，mL；

V_1 —分取试样溶液的体积，mL；

V_2 —分取试样溶液后再制备成试液的体积，mL；

m_s —称取试样的质量，g。

附：净水剂聚氯化铝中铅测试实例。

样品处理过程：准确称取固体净水剂（聚氯化铝）试样 1.1700 g，置于烧杯中，用蒸馏水溶解并定容至 100 mL 容量瓶中，摇匀。从中移取 5 mL 样品溶液置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL (1+1) 硝酸及 10 mL 草酸溶液并用水稀释至刻度，待测。加标试样为在原待测溶液基础上，浓度增加 10 ppb。

分析 报 告

测试元素：铅(Pb)

测试方法：多点曲线

积分时间：5s

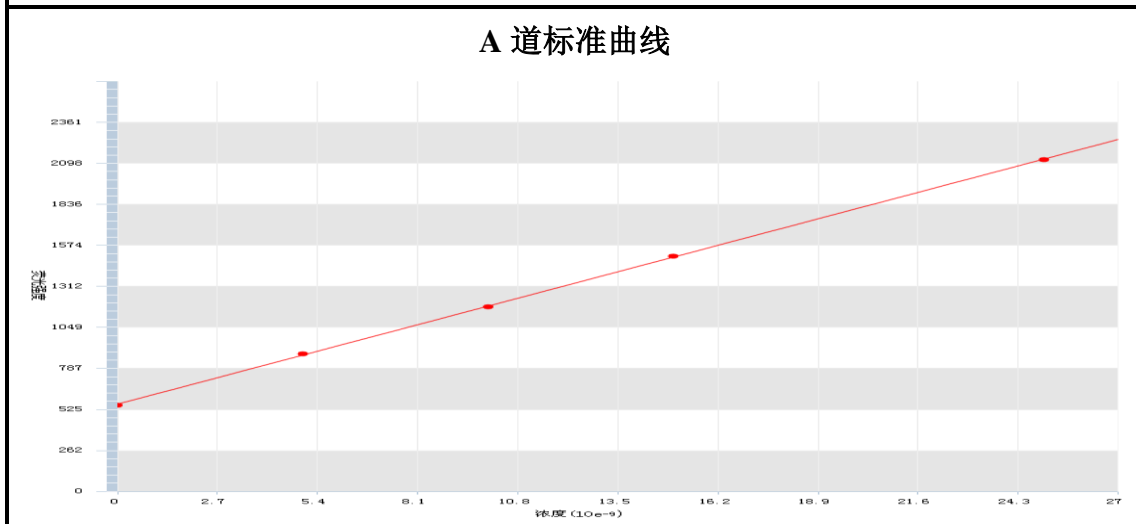
灯电流：80mA

负高压：-370V

泵转速：100rpm

标准浓度(μg/L)	荧光强度	
	测试值	平均值
0.00	551.5	551.5
5.00	881.0	881.0
10.00	1181.6	1181.6
15.00	1504.6	1504.6
25.00	2122.5	2122.5

拟合公式： $y=558.5311+62.7008*x$
 $r^2=0.9999$



分析报告

送样单位：净水剂（聚氯化铝）

检测日期：2014-10-14

序号	试样编号	A 道（铅）（ $\mu\text{g/L}$ ）		备注
		测试值	平均值	
1410140001	样品	12.34	12.37	
		12.39		
1410140002	样品+标准（10ppb）	22.28	22.26（回收率 98.9%）	
		22.24		

根据公式计算此试样中铅含量为 $\omega_B/(\%) = \frac{\rho_B \times V_2 \times V_s}{m_s \times V_1} \times 10^{-7}$

$$= \frac{12.37 \times 100 \times 100}{1.170 \times 5} \times 10^{-7}$$

$$= 0.0021$$