

中华人民共和国国家标准

水质 铅的测定
示波极谱法

GB/T 13896—92

Water quality—Determination of
lead—Oscillopolarography

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了铅含量的示波极谱测定方法。

1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于硝化甘油系列火炸药工业废水中铅含量的测定。

1.2.2 本方法测定范围 0.10~10.0 mg/L;最低检测浓度为 0.02 mg/L。

1.2.3 硝化甘油系列火炸药废水中含有的二硝基甲苯影响铅还原峰的测定,本方法采用铅的氧化峰进行测定。在测定其他工业废水时,可根据水质情况选用还原峰或氧化峰进行测定。

2 原理

在盐酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 0.65)-抗坏血酸(10 g/L)中,通过线性变化的电压,铅可在滴汞电极(DME)上还原或氧化,在示波极谱图上产生特征还原峰(电流)或氧化峰(电流),在相应的电流-电压曲线图上求出试液中铅的含量。

3 试剂

除另有规定外,所用试剂均应符合国家标准规定的分析纯试剂。所用水为使用前制备的去离子水或不含铅的蒸馏水。

3.1 抗坏血酸(维生素C)。

3.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=1\text{ mol/L}$ 。取 83.3 mL 盐酸(36%~38%),用水稀释至 1 000 mL。

3.3 乙酸钠溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONa})=1\text{ mol/L}$ 。称取结晶乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)136 g 溶于水,用水稀释至 1 000 mL。

3.4 盐酸-乙酸钠缓冲溶液:盐酸溶液(3.2)和乙酸钠溶液(3.3)以(2+1)(V/V)混合。

3.5 铅标准贮备溶液:100.0 mg/L。称取 0.159 8 g 经 110℃ 烘干的硝酸铅(优级纯),溶于含 1 mL 硝酸(优级纯)的水中,用水稀释至 1 000 mL。

3.6 铅标准溶液:10.00 mg/L。使用前吸取 10.0 mL 铅标准贮备溶液(3.5)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻线。

4 仪器和设备

4.1 实验室常用仪器、设备。

4.2 10 mL 比色管。

国家环境保护局 1992-12-02 批准

1993-09-01 实施

- 4.3 10 mL 电解用烧杯。
4.4 电热板。
4.5 高纯氮气。

注：所用玻璃仪器均需以 1+9 硝酸浸泡过夜，再依次用自来水、纯水冲洗干净。

- 4.6 示波极谱仪。三电极系统：滴汞电极(DME)为指示电极，饱和甘汞电极(SCE)为参比电极，铂电极为辅助电极。

注：汞电极为指示电极并具有三电极系统的其他类型极谱仪也可使用，但需注意峰电位的改变。

5 分析步骤

5.1 样品预处理

移取适量试料(精确至 0.05 mL)于 100 mL 烧杯中，加入 0.2 mL 硝酸，加水至 10 mL。将烧杯置于电热板上微沸蒸发至近干，自然冷却至室温。

5.2 测定

- 5.2.1 向烧杯(5.1)中加入缓冲溶液(3.4)6 mL 溶解残渣，定量转移至 10 mL 比色管中，稀释至刻线。
5.2.2 另取 10 mL 比色管 8 支，分别加入铅标准溶液(3.6)0.10, 0.40, 0.70, 1.00, 3.00 mL 及铅标准贮备溶液(3.5)0.50, 0.70, 0.90 mL。
5.2.3 各加入缓冲溶液(3.4)6 mL，用水稀释至刻线。
5.2.4 将比色管中测试液分别倒入 10 mL 电解烧杯中(约 6 mL 即可)，各加入 0.06 g 抗坏血酸，搅拌均匀。
5.2.5 将电解杯置于极谱仪电解杯座上，通入高纯氮气 3 min。放入三电极。
注：采用导数峰测铅可略去本步骤。
5.2.6 将极谱仪起始电位置于 -0.70 V(原点电位为 -0.20 V)，阳极化扫描至 -0.20 V。铅氧化峰的电位约在 -0.34 V。
5.2.7 分别记录试料及标准试液的峰高，按式(1)求出其峰电流值。

$$i_p = H \cdot K \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： i_p ——峰电流值， μA ；

H ——峰高，精确至 0.5 格；

K ——电流倍率。

- 5.2.8 以浓度为横坐标，峰电流值为纵坐标，绘制铅校准曲线，从曲线上求出试液中铅的含量。

注：水样澄清可不进行预处理。移取适量试料(精确至 0.05 mL)于 10 mL 比色管中，加入 6 mL 缓冲溶液(3.2.3)，稀释至刻线。以下按分析步骤 5.2.2~5.2.8 条进行。

6 分析结果的表述

试料中铅含量按式(2)进行计算：

$$c = m/V \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： c ——试料浓度， mg/L ；

m ——从校准曲线上求得试样中铅的含量， μg ；

V ——试料取样体积， mL 。

7 精密度和准确度

五个实验室测定标准溶液浓度为 0.1~10 mg/L, 相对标准偏差为 1.5%~5.1%; 回收率为 90%~103%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由国家环境保护局负责解释。

本标准由中国兵器工业第五设计研究院、国营川安化工厂负责起草。

本标准主要起草人刘念辉、张宝华、张朝群。