

**HZ-HJ-SZ-0069**

水质—铅的测定—示波极谱法

**1 范围**

本方法规定了铅含量的示波极谱测定方法。

本方法适用于硝化甘油系列火炸药工业废水中铅含量的测定。本方法测定范围 0.10~10.0mg/L；最低检测浓度 0.02mg/L。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(10g/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，所有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 83.3mL 盐酸(36%~38%)，用水稀释至 1000mL。

3.3 乙酸钠溶液： $c(\text{CH}_3\text{COONa}) = 1\text{mol/L}$ 。称取结晶乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )136g 溶于水，用水稀释至 1000mL。

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

3.5 铅标准贮备溶液：100.0mg/L。称取 0.1598g 经 110℃烘干的硝酸铅(优级纯)，溶于含 1mL 硝酸(优级纯)的水中，用水稀释至 1000mL。

3.6 铅标准溶液：10.0mg/L。使用前吸取 10.0mL 铅标准贮备溶液(3.5)于 100mL 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 比色管，10mL。

4.3 电解用烧杯，10mL。

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，但需注意峰电位的变化。

**5 操作步骤**

**5.1 样品预处理**

移取适量试料(精确至 0.05mL)于 100mL 烧杯中，加入 0.2mL 硝酸，加水至 10mL。将烧杯置于电热板上煮沸蒸发至近干，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)6mL 溶解残渣，定量转移至 10mL 比色管中，稀释至刻线。

5.2.2 另取 10mL 比色管 8 支，分别加入铅标准溶液(3.6)0.10, 0.40, 0.70, 1.00, 3.00mL 及铅标准贮备溶液(3.5) 0.50, 0.70, 0.90mL。

5.2.3 各加入缓冲溶液(3.4)6mL，用水稀释至刻线。

5.2.4 将比色管中测试液分别倒入 10mL 电解杯中(约 6mL 即可)，各加入 0.06g 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 3min。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-0.70V (原点电位为-0.20V)，阳极化扫描至-0.20V。铅氧化峰的电位约在-0.34V。

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。

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

式中： $i_p$ —峰电流值， $\mu A$ ；

$H$ —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 0.05mL)于 10mL 比色管中，加入 6mL 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 结果计算

试料中铅含量按式(2)进行计算：

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

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， $\mu g$ ；

$V$ —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 0.1~10mg/L，相对标准偏差为 1.5%~5.1%；回收率为 90%~103%。

## 8 参考文献

GB/T 13896-1992。