



山东省泰和水处理有限公司

http://www.thwater.com

您现在的位置是: 首页 >> 技术专栏 >> 技术文章

水处理剂聚合三氯化铝中微量铅的测定

作者: 王 峰 李义久 倪亚明(同济大学化学系 上海 200092)

絮凝剂聚合氯化铝是重要的水处理剂之一,在水处理过程中广泛使用,但是人们对其中的重金属危害认识还不够,对它带来的负面影响还没有完全重视。目前,国内每年生成聚合氯化铝50万吨左右,由于国内的生产原料成分比较复杂,产品中一些重金属含量比较高,所以对其含有的铅进行测定,是评价其性能优劣、选择和合理投加不可缺少的依据之一。文献[1]介绍的利用絮状氢氧化铁共沉淀铅的测定方法繁琐耗时,也有人研究在中性或弱碱性条件下,利用 Pb^{2+} 与外加的 Bi^{3+} 和 Na_2S 一起形成硫化物的共沉淀,达到分离水中 Pb^{2+} 的目的[2]。还有人通过加入基体改进剂来提高测定结果的准确度[3]。在我们的实验中,在聚合铝酸性溶液中加入硝酸铋,使 Bi^{3+} 与 Pb^{2+} 一起沉淀,用火焰原子吸收分光光度计分离检测出 Pb^{2+} 的含量,此方法的标准偏差和回收率均能满足聚合铝的质量控制标准。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

岛津A A -670型原子吸收分光光度计(波长范围190 nm-900 nm)

铅标准储备溶液:称取1.000 g 高纯铅(纯度99.9%以上),精确至0.001 g,加入50 mL水,再加入20 mL硝酸溶液(1+1),将其加热溶解。冷却后移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1.00 mL含有1.00 mg铅。

铅标准溶液:移取10 mL铅混合标准储备溶液,转入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1.00 mL含20 μg铅,用时现配。

1.2 实验控制条件

调节原子吸收分光光度计,控制空气乙炔流量 $8.2\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$;灯电流5 mA;燃烧器宽度10 cm;燃烧器高度6 mm;氘灯扣除背景。

1.3 实验方法

取10.00 g液体试样或约3.30 g固体试样,精确至0.01 g。置于200 mL烧杯中,加入40 mL水和

10mL 硫酸溶液,煮沸2min。冷却(如有白色沉淀应过滤),用5% HCl 稀释至500mL,加入 Bi(NO₃)₃ 1.50mL,混合均匀,再在搅拌下加入8.00mL Na₂S,静置2小时后,将沉淀过滤出来,再用 HNO₃(1+5)溶解到100mL 烧杯中,冷却后用水稀释至50.00mL 容量瓶中,用原子吸收光度计测定。

2 结果与讨论

2.1 火焰原子吸收标准工作曲线

取铅标准溶液0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00mL 用水稀释至50.00mL 容量瓶中,按实验方法处理,在283.3nm处,以试剂空白为参比,测定吸光度,得到标准工作曲线,其标准工作曲线的回归方程为: $A_{pb} = 0.01984 C_{pb} + 0.00143$; 相关系数为: $r_{pb} = 0.9994$ 。

按上述实验方法得到:当信噪比为2时,铅的检出限为0.006μg/mL。

2.2 样品测定

取某厂试样,在上述实验条件下,测定吸光度值,从标准工作曲线得到样品中的铅含量并和计算得到的相对标准偏差比较,结果见表1。

表1 样品铅测定的精密度

样品编号	测定次数 (n)	测定结果 (×10 ⁻¹ μg/mL)	相对标准偏差 (%)
1	10	5.18	3.22
2	10	4.87	5.14

2.3 加标样回收实验

加标回收实验是按实验方法取样品,并加入一定量的铅标准溶液后进行处理和测定,结果见表2。

表2 加标回收实验测定结果

元素	测定值 (×10 ⁻¹ μg/mL)	加标量 (×10 ⁻¹ μg/mL)	测定次数(n)	测定总值 (×10 ⁻¹ μg/mL)	回收率 (%)
pb	4.93	2.00	10	6.82	98.4
	4.93	4.00	10	9.10	101.9

从表2可以看出,铅的加标回收率在98.4%到101.9%之间。

2.4 讨论

实验过程中 S²⁻ 和 Bi³⁺ 的影响小。在保证 S²⁻ 适度过量的前提下,适当改变 Bi³⁺ 的加入量,对测定结果无明显影响,但 S²⁻ 过量太多会使空白增大,从而影响测定结果。本实验加1.50mL Na₂S 溶液,既保证了 S²⁻ 的适量,又不会影响测定。

实验表明,铅的检出限为 $0.006\mu\text{g}/\text{mL}$,测定结果相对标准偏差小,方法的精密度和准确度较好。

参考文献

- 1 中国国家标准汇编.北京:中国标准出版社,1996. G B 15892—1995
- 2 鞠美庭张丙华詹平《非过滤法共沉淀富集-火焰原子吸收测定饮用水中镉铜铅》.理化检验,1998,34(11): 498
- 3 王文忠李慧文李向东《聚合氯化铝中铅测定的改进》.净水技术,2001,20(3): 34

【关闭窗口】

Copyright (c) 2004 中国水处理化学品网 All rights reserved. E-mail: fsp214@126.com

联系电话: 0371-63920667 传真: 0371-63942657(8001)设计及技术支持: 简双工作室

版权说明: 本站部分文章来自互联网, 如有侵权, 请与信息处联系



豫ICP备05007743号