

F-HZ-DZ-DXS-0056

地下水—铜铅锌锰镉的测定—ICP-AES 法

1 范围

本方法适用于地表水，地下水源饮用水中铜、铅、锌、锰、镉的测定。各元素的测定检出限为 ($\mu\text{g/L}$): Ca 1.5, Pb 11.3, Zn 0.51, Cd 0.79, Mn 0.13。

2 原理

采用 ICP 作为激发光源相匹配的全谱直读光谱仪。水中的重金属经铜试剂富集后直接测定。并探讨了共存主要元素的干扰。

3 试剂

3.1 无水乙醇。

3.2 硝酸，优级纯。

3.3 提纯氨水 (1+1)。

3.4 铁溶液 1000mg/L。

3.5 硝酸-醋酸纤维滤膜：直径 25mm，孔径 0.45~0.8 μm 。

3.6 铜试剂 (DDTC 钠盐) 的氨性溶液 (50g/L): 称 5g 铜试剂溶于少许水中，加 8mL 提纯氨水，溶解稀释至 100mL，过滤，于暗处保存使用。

3.7 去离子水 $>10\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ (20°C)。

4 仪器设备

4.1 ICP 全谱直读光谱仪，水平炬管装置，CID 电荷注入式检测器。

4.2 等离子发生器 输出功率 1150W，反射功率 $<5\text{W}$ 。

4.3 进样系统 氩气流量：冷却气 14L/min，辅助气 0.5 L/min，雾化器压力 2.07 ($\times 10^4\text{Pa}$)，试液提升量 1.67mL/min，积分时间：低波 10s，高波 5s。

5 试样制备

采用无色聚乙烯塑料瓶或硬质玻璃瓶采集水样。

6 操作步骤

6.1 水样的处理

取 200mL 水样置于 250mL 的硼硅酸盐玻璃烧杯中，加入 1mL 铁溶液，2mL 铜铁试剂，再加 2mL 无水乙醇，2 滴 0.1% 的甲基橙，逐滴加入氨水 (1+1) 中和至指示剂刚变色，摇匀，最后滴加 2mL 铜试剂 (50g/L)，稍微搅拌并检查 pH (8~9)，放置 3~4h 后，用微孔滤膜 (0.45 μm) 进行抽滤。滤毕，将沉淀与滤膜一同移入原烧杯中，用 5mL 热硝酸 (10+90) 溶液及数滴过氧化氢 (30%) 溶解沉淀物，加热浓缩至 2mL，冷却，移入 10mL 比色管定容，待测。

6.2 标准溶液

采用中国环境监测总站制备的标准储备液和混合标样，分为低标和高标。

低标为空白，酸度为硝酸（2+98），含铁量为100mg/L。

高标 Cd 1.0mg/L, Cu、Mn 和 Zn 各 2.5mg/L, Pb 5.0mg/L, 酸度为硝酸（2+98），含铁量为 100mg/L。

使用时，各取 10mL 置于已盛有 200mL 蒸馏水的 250mL 硼硅酸盐玻璃烧杯中，与试样同样处理后作校准曲线。

6.3 分析元素谱线及测定范围

表 1 分析谱线及测定范围

分析谱线 (nm)	级次	测定范围 (mg/L)
Cu 327.3	79	0~2.5
Pb 220.3	117	0~5.0
Zn 213.8	121	0~2.5
Cd 226.5	114	0~1.0
Mn 257.6	100	0~2.5

7 精密度和准确度

取一个加有标样的水样，进行 10 次平行测定，各元素的 RSD% 为：Cu 1.03, Pb 1.56, Zn 0.77, Cd 0.52, Mn 0.73。

8 参考文献

- [1] 陈建斌等. IRIS/AP-ICP-AES 法同时测定地表水中的 Cu、Pb、Zn、Mn 和 Cd. 光谱实验室. 2002, 19 (3): 367.