

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB22/T331-2002

原子荧光光谱法测定生活饮用水中的锡

Determination of tin in drinking water

by Atomic Fluorescence spectroscopy

2002-11-25 发布

2002-12-01 实施

吉 林 省 质 量 技 术 监 督 局 发 布

前 言

锡是一种具有蓄积性的有害元素，在卫生监督监测领域中列为重点监测项目，生活饮用水输配水设备及防护材料卫生安全评价规范中规定，浸泡试验液中锡增加量 $\leq 0.002\text{mg/L}$ 。现行生活饮用水卫生规范中的化学法，此法前处理比较烦琐，灵敏度低。本标准提出原子荧光光谱法测定生活饮用水中的锡，是对规范中的方法加以补充。

本标准由吉林省卫生厅提出。

本标准由吉林省技术质量监督局批准。

本标准由吉林省卫生厅委托技术归口单位吉林省疾病预防控制中心负责解释。

本标准起草单位：吉林省卫生监测检验中心、长春市南关区卫生防疫站。

本标准主要起草人：边疆、孙秀娟、张淑英、李长权、栾柏。

原子荧光光谱法测定生活饮用水中的锡 DB22/T331-2002

Determination of tin in drinking water by Atomic Fluorescence Spectroscopy

1 范围

本标准规定了用原子荧光光谱法测定生活饮用水、水源水及生活饮用水输配水设备及防护材料浸泡液中的锡。

本标准适用于测定生活饮用水、水源水及生活饮用水输配水设备及防护材料浸泡液中锡的含量。

本标准最低检测质量为 2.0ng，若取样 10mL 测定，最低检测质量浓度为 0.2 μg/L。

2 原理

在酸性介质中，样品中的锡与硼氢化钾 (KBH_4) 或硼氢化钠 (NaBH_4) 反应生成挥发性锡的氢化物 (PbH_4)，以氩气为载气，将氢化物导入电热石英原子化器中原子化，在特制锡空心阴极灯照射下，基态锡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，其荧光强度与锡含量呈正比，根据标准系列进行定量。

3 试剂

除特殊规定外，本标准所用试剂均为分析纯试剂，实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 盐酸 ($\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$)，优级纯。

3.2 硫脲 (150g/L) -抗坏血酸 (150g/L) 混合溶液：称取硫脲和抗坏血酸各 15g，加入水中溶解并定容至 100mL，混匀。

3.3 氢氧化钾溶液 (5g/L)：称取 5g 氢氧化钾，溶于 1L 水中，混匀。

3.4 硼氢化钾溶液 (20g/L)：称取 4g 硼氢化钾溶于 200 mL 氢氧化钾溶液 (3.3) 中，混匀。现用现配。

3.5 锡标准储备溶液 [$\rho(\text{Sn})=1000\mu\text{g/mL}$]：由国家标准物质研究中心购买。

3.6 锡标准使用溶液 [$\rho(\text{Sn})=0.1\mu\text{g/mL}$]：吸取锡标准储备溶液 (3.5) 5.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。此溶液为 [$\rho(\text{Sn})=1\mu\text{g/mL}$]。再吸取此溶液 10.00mL 于 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

4 仪器

AFS 系列双道原子荧光光谱仪 (北京海光仪器公司)

5 分析步骤

5.1 样品分析

于 25mL 比色管中，加入 10mL 水样，加入盐酸 (3.1) 1.25mL，硫脲-抗坏血酸混合溶液 (3.2) 5.00mL，用水定容至刻度，摇匀，待测。

5.2 标准曲线的绘制

吸取锡标准使用溶液 (3.7) 0.00, 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.50 和 5.00mL 于一系列 25mL 比色管中，加入盐酸 (3.1) 1.25mL，硫脲-抗坏血酸混合溶液 (3.2) 5.00mL，用水定容至刻度，摇匀，待测。

5.4 测定

5.4.1 仪器配置

氩气气压 0.2Mpa；Ar，流量：800mL/min；负高压：300~360V；灯电流：60~80mA；原子化器高度：8mm；原子化器温度：200℃； KBH_4 流速：0.6~0.7mL/s；加液时间：5~6s；积分时间 10s。

5.4.2 浓度测量方式

设定好仪器的最佳条件，稳定 30min 后开始测量。连续用标准系列的零管进样，待读数

稳定后，转入标准系列的测量，绘制标准曲线；尔后进行样品测量，样品测量结果按以下公式计算。

5.4.3 仪器自动计算结果测量方式

设定好仪器的最佳条件，在样品参数画面，输入以下参数：样品体积，稀释体积，并选择结果的浓度单位，稳定 30min 后开始测量。连续用标准系列的零管进样，待读数稳定后，转入标准系列的测量，绘制标准曲线；在转入样品测量之前，先进入空白值测量状态，仪器取其均值作为扣底的空白值。随后即可依次测量样品溶液，测定完毕后，选择“打印报告”即可将测量结果自动打印。

5 计算

$$\rho(Sb) = \frac{m}{V}$$

式中： $\rho(Sn)$ —水样中锡的浓度，mg/L；

m —从工作曲线上查得的样品管中锡的含量， μg ；

V —水样的体积，mL。

6 精密度和准确度

单个实验室的加标回收率(%)和相对标准偏差(%)如下：

低浓度加标(0.001mg/L)：加标回收率：89.5±4.6；相对标准偏差：5.6。

中浓度加标(0.005mg/L)：加标回收率：94.2±3.0；相对标准偏差：2.1。

高浓度加标(0.010mg/L)：加标回收率：99.7±1.3；相对标准偏差：1.5。
