ICS 13.060.50
Z16

SL

中华人民共和国水利行业标准

SL 327．1～4—2005

水质　砷、汞、硒、铅的测定 原子荧光光度法

Water quality — determination of arsenic，mercury，selenium and lead—atomic fluorescence spectrometric method

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

2005-10-21 发布　　2006-01-01 实施

中华人民共和国水利部　发　布

https://www.slzjxx.com
水利造价信息网

总　目　次

SL 327.1—2005　水质　砷的测定　原子荧光光度法 …… 3
SL 327.2—2005　水质　汞的测定　原子荧光光度法 …… 9
SL 327.3—2005　水质　硒的测定　原子荧光光度法 …… 15
SL 327.4—2005　水质　铅的测定　原子荧光光度法 …… 21

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

SL

中华人民共和国水利行业标准

SL 327．1—2005

水质　砷的测定　原子荧光光度法

Water quality — determination of arsenic—atomic fluorescence spectrometric method

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

2005-10-21 发布　　2006-01-01 实施

中华人民共和国水利部　发　布

目　　次

前言 …… 5
1　适用范围 …… 6
2　干扰 …… 6
3　方法原理 …… 6
4　仪器 …… 6
5　试剂 …… 6
6　分析步骤 …… 7
7　结果计算 …… 8
8　精密度与准确度 …… 8
9　注意事项 …… 8

https://www.slzjxx.com
水利造价信息网

前　言

本标准在体例格式上遵循《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》（GB/T 1.1—2000）的规定，并参照《水利技术标准编写规定》（SL 1—2002）的要求。

本标准的主要内容包括：水样的保存、水样的预处理方法、原子荧光分析、方法的精密度和准确度。

本标准为全文推荐。

本标准批准部门：中华人民共和国水利部

本标准主持单位：水利部水文局

本标准解释单位：水利部水文局

本标准主编单位：安徽省水文局

本标准参编单位：天津市水文水资源勘测管理中心、长江流域水环境监测中心、北京科创海光仪器有限公司

本标准出版发行单位：中国水利水电出版社

本标准主要起草人：周良伟、张延、臧小平、康金栓、刘光学、刘海涛

本标准审查会议技术负责人：齐文启

本标准体例格式审查人：乐枚

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

水质　砷的测定　原子荧光光度法

1　适用范围

本标准是将氢化物发生技术与原子荧光光谱分析技术相结合测定水中砷，从而实现水样检测的新技术。原子荧光光度法与二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法、硼氢化钾—硝酸银分光光度法相比，具有操作简便、用样量少、灵敏度和准确度高、测量重现性好、自动化程度高、适合大批量分析等特点。本标准适用于地表水、地下水、大气降水、污水及其再生利用水中砷的测定。方法检出限0.2μg/L，在1～200μg/L范围内，线性良好。大于200μg/L的样品，可稀释后测定。

2　干扰

本标准采用氢化物发生法，使得待测元素与基体分离，干扰很少，共存离子和化合物不干扰测定。当砷含量为11.42 μg/L时，若共存离子分别为1000μg/L三价铁、1010μg/L二价锰、1000μg/L二价镍、13090μg/L二价锌、10000μg/L六价铬、200μg/L二价汞、20μg/L二价铅，对测定无干扰。

3　方法原理

样品经预处理，其中各种形态的砷均转变成三价砷（As^{3+}），加入硼氢化钾（或硼氢化钠）与其反应，生成气态氢化砷，用氩气将气态氢化砷载入原子化器进行原子化，以砷高强度空心阴极灯作激发光源，砷原子受光辐射激发产生荧光，检测原子荧光强度，利用荧光强度在一定范围内与溶液中砷含量成正比的关系计算样品中的砷含量。

4　仪器

4.1　原子荧光光度计。
4.2　砷高强度空心阴极灯。
4.3　2kW电热板。
4.4　常用玻璃量器。

5　试剂

5.1　本标准所用水均指去离子水或同等纯度的水。
5.2　硝酸（HNO_3）：$\rho=1.42$ g/mL，优级纯。
5.3　盐酸（HCl）：$\rho=1.18$ g/mL，优级纯。
5.4　高氯酸（$HClO_4$）：$\rho=1.67$ g/mL，优级纯。
5.5　硫酸（H_2SO_4）：$\rho=1.84$ g/mL，优级纯。
5.6　氢氧化钾（KOH）：优级纯。
5.7　50%盐酸溶液（体积分数）：量取50mL盐酸（见5.3），缓慢加入50mL水中，摇匀。
5.8　5%盐酸溶液（体积分数）：量取50mL盐酸（见5.3），缓慢加入950mL水中，摇匀。
5.9　硫脲（50g/L）—抗坏血酸（50g/L）混合溶液：称取10g硫脲和10g抗坏血酸溶于200mL水中，用时现配。
5.10　20g/L硼氢化钾（或硼氢化钠）溶液：称取10g硼氢化钾（或硼氢化钠），溶于500mL 0.5%氢氧化钾（见5.6）溶液中，摇匀。
5.11　砷标准储备液（1000mg/L），购置或自配：准确称取1.3200 g（准确至0.1 mg）预先在硅胶干

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

燥器内干燥至恒重的三氧化二砷，溶解于25mL20%氢氧化钾溶液，用20%硫酸（优级纯）稀释至1000mL，摇匀，此溶液砷的浓度为1000mg/L。

5.12 砷标准中间液（10.0 mg/L）：准确移取浓度为1000mg/L的砷标准储备液（见5.11）10.0 mL，转入1000mL容量瓶中，用水定容，摇匀。此溶液砷的浓度为10.0 mg/L。

5.13 砷标准使用溶液（1.00 mg/L）：准确移取浓度为10.0 mg/L的砷标准中间溶液（见5.12）10.0mL，转入100mL容量瓶中，定容，摇匀。此溶液砷的浓度为1.00 mg/L。

5.14 氩气：纯度99.99 %以上。

6 分析步骤

6.1 水样的保存

采样后水样加硝酸（见5.2）酸化至1%进行保存，可保持稳定数月。

6.2 水样的预处理

6.2.1 清洁透明的水样：

准确移取适量水样（视浓度而定，准确至0.1 mL）置于50mL容量瓶中，依次加50%盐酸溶液（见5.7）10.0 mL，硫脲—抗坏血酸混合溶液（见5.9）5.0 mL，定容并摇匀，至少放置15min，待测。如室温低于15℃，放置30min待测。同时制备并测定样品空白。

6.2.2 较浑浊或基体干扰较严重的水样：

准确量取适量水样（准确至0.1 mL）置于150mL锥形瓶中，加硝酸（见5.2）3.0～10.0 mL，摇匀后置于电热板上加热消解至近干并澄清，若消解液处理至10.0 mL左右时仍有未分解物质或颜色变深，待稍冷，补加硝酸（见5.2）5.0～10.0 mL，再消解至10.0 mL左右观察，如此反复两三次，注意避免炭化变黑。如仍有未分解物质则加入高氯酸（见5.4）1.0～2.0 mL，加热至消解完全后，再继续蒸发至高氯酸的白烟散尽（不能蒸干），冷却，转入50mL容量瓶中，依次加50%盐酸溶液（见5.7）10.0 mL、硫脲—抗坏血酸混合溶液（见5.9）5.0 mL，定容并摇匀，至少放置15min，待测，如室温低于15℃，放置30min待测。同时制备并测定样品空白。

6.3 样品的测定

6.3.1 设置仪器工作参数（依仪器型号不同，测量参数会有所变动，以下可作为参考）。

6.3.1.1 激发光波长：193.7 nm。

6.3.1.2 光电倍增管负高压：250～310V。

6.3.1.3 空心阴极灯灯电流：40～90mA。

6.3.1.4 原子化器高度：8～10mm。

6.3.1.5 原子化器温度：点火，200℃以上。

6.3.1.6 载气流量：300～900mL/min。

6.3.1.7 屏蔽气流量：600～1200mL/min。

6.3.1.8 测量方式：标准曲线法。

6.3.1.9 读数方式：峰高或峰面积。

6.3.1.10 读数时间：10～16s。

6.3.1.11 延迟时间：0～2s。

6.3.2 标准工作曲线的配制

分别准确移取1.0 mg/L的砷标准使用液（见5.13）0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0mL、5.0 mL置于50mL容量瓶中，各加入10.0 mL50%盐酸（见5.7）和5.0 mL硫脲—抗坏血酸混合溶液（见5.9），用水定容至50mL，此标准系列的浓度分别为0.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、60.0 μg/L、80.0 μg/L、100.0 μg/L。放置15min后测定。

6.3.3 测定样品

按照仪器操作规程预热30min，接通气源、调整好出口压力，使用5%盐酸溶液（见5.8）作为载流，按仪器工作参数调整好仪器，测定砷标准工作曲线。测定的标准工作曲线相关系数应大于0.9990，否则应查明原因重新测定标准曲线或用比例法处理数据。

按前述测定程序，先测定样品空白，再按程序依次测定各样品浓度。

7 结果计算

仪器随机软件有自动计算的功能，工作曲线为线性拟合曲线，测定待测样品荧光强度值后减去样品空白荧光强度，代入拟合曲线的一次方程，即得出待测样品浓度。若人工计算，可采用式（1）：

$$C_{As}=c\times\frac{V}{V_s} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

C_{As}——待测样品浓度，单位为微克每升（μg/L）；

c——根据待测样品的荧光强度减去样品空白荧光强度后，从工作曲线上查得相应的样品浓度；

V——待测样品经处理、稀释定容后的最终体积；

V_s——所取待测样品的体积。

8 精密度与准确度

8.1 精密度

6个实验室测定相对标准偏差结果：水样浓度小于200μg/L时，相对标准偏差为0.32%～6.10%。

8.2 准确度

6个实验室协作实验，测定加标回收率结果：水样浓度小于200μg/L时，加标回收率为93.2%～103.9%。

9 注意事项

9.1 锥形瓶、容量瓶等玻璃器皿均应及时使用稀硝酸浸洗后冲净使用，防止污染。

9.2 硼氢化钾和硼氢化钠是强还原剂，使用时注意勿接触皮肤和溅入眼睛。

9.3 仪器延迟时间和读数时间根据实验时的具体峰形确定。参考条件会因仪器型号、管路连接长短及粗细的不同而有差异，适当调整使仪器能读出完整的峰高或峰形即可。

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

SL

中华人民共和国水利行业标准

SL 327．2—2005

水质　汞的测定　原子荧光光度法

Water quality — determination of mercury—atomic fluorescence spectrometric method

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

2005-10-21 发布　　2006-01-01 实施

中华人民共和国水利部　发　布

目　　次

前言 …… 11
1　适用范围 …… 12
2　干扰 …… 12
3　方法原理 …… 12
4　仪器 …… 12
5　试剂 …… 12
6　分析步骤 …… 13
7　结果计算 …… 14
8　精密度与准确度 …… 14
9　注意事项 …… 14

https://www.slzjxx.com
水利造价信息网

前　言

本标准在体例格式上遵循《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》（GB/T 1.1—2000）的规定，并参照《水利技术标准编写规定》（SL 1—2002）的要求。

本标准的主要内容包括：水样的保存、水样的预处理方法、原子荧光分析、方法的精密度和准确度。

本标准为全文推荐。

本标准批准部门：中华人民共和国水利部

本标准主持机构：水利部水文局

本标准解释单位：水利部水文局

本标准主编单位：天津市水文水资源勘测管理中心

本标准参编单位：安徽省水文局、北京科创海光仪器有限公司

本标准出版发行单位：中国水利水电出版社

本标准主要起草人：康金栓、刘光学、高俊杰、张延、周良伟、刘海涛、沈兴厚

本标准审查会议技术负责人：李青山

本标准体例格式审查人：乐枚

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

水质　汞的测定　原子荧光光度法

1　适用范围

本标准是将氢化物发生技术与原子荧光光谱分析技术相结合测定水中汞，从而实现水样检测的新技术。原子荧光光度法具有操作简便、用样量少、灵敏度高、测量重现性好、自动化程度高、适合大批量分析等特点。本标准适用于地表水、地下水、大气降水、污水及其再生利用水中汞的测定，方法检出限为 0.01 μg/L，在 0.05 ～30μg/L 测定范围内，线性良好。大于 30μg/L 的样品，可稀释后测定。

2　干扰

本标准采用氢化物发生法，使得待测元素与基体分离，干扰很少，常见共存离子和化合物不干扰测定。

3　方法原理

样品经预处理，其中各种形态的汞转化成二价汞（Hg^{2+}），加入硼氢化钾（或硼氢化钠）与其反应，生成原子态汞，用氩气将原子态汞导入原子化器，以汞高强度空心阴极灯为激发光源，汞原子受光辐射激发产生荧光，检测原子荧光强度，利用荧光强度在一定范围内与汞含量成正比的关系计算样品中汞的含量。

4　仪器

4.1　原子荧光光度计。
4.2　汞高强度空心阴极灯。
4.3　恒温水浴锅。
4.4　常用玻璃量器。

5　试剂

5.1　本标准所用水均指去离子水或同等纯度的水。
5.2　硫酸（H_2SO_4）：$\rho = 1.84$ g/mL，优级纯。
5.3　硝酸（HNO_3）：$\rho = 1.42$ g/mL，优级纯。
5.4　盐酸（HCl）：$\rho = 1.18$ g/mL，优级纯。
5.5　氢氧化钾（KOH）：优级纯。
5.6　重铬酸钾溶液：50g/L。
5.7　过硫酸钾溶液：20g/L。
5.8　溴酸钾（0.1 mol/L）—溴化钾（10g/L）混合溶液：称取 2.8 g 溴酸钾（优级纯），溶解后，加入 10g 溴化钾（优级纯），用水稀释至 1000mL，置于棕色试剂瓶中保存，如有溴析出，应重新配制。
5.9　5g/L 盐酸羟胺溶液：此溶液如含有少量汞，须对溶液先进行提纯，然后使用。
5.10　5%盐酸溶液（体积分数）：量取 50mL 盐酸（见 5.4），加入 950mL 水中，摇匀。
5.11　20g/L 硼氢化钾（或硼氢化钠）溶液：称取 10g 硼氢化钾（或硼氢化钠），溶于 500mL 0.5 % 氢氧化钾（见 5.5）溶液中，摇匀。
5.12　汞标准固定液：称取约 0.5 g 重铬酸钾（优级纯）溶于适量水中，再加入 50mL 硝酸（见

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

5.3),稀释至1000mL，摇匀。

5.13 汞标准储备液（1000mg/L），购置或自配：准确称取放置在硅胶干燥器中充分干燥过的1.3540g(准确至0.1mg)氯化汞，用汞标准固定液（见5.12）溶解后，转移至1000mL容量瓶中，再用汞标准固定液（见5.12）准确稀释至标线，摇匀。

5.14 汞标准中间液（1.0mg/L)：准确移取浓度为1000mg/L的汞标准储备液（见5.13）1.0mL，转入1000mL容量瓶中，加入约0.5g重铬酸钾（优级纯），用汞标准固定液（见5.12）稀释至刻度。

5.15 汞标准使用液（0.010mg/L)：准确移取浓度为1.0mg/L的汞标准中间液（见5.14）1.0mL，转入100mL容量瓶中，用汞标准固定液（见5.12）稀释至刻度，摇匀。

5.16 氩气：纯度大于99.99%。

6 分析步骤

6.1 水样保存

水样采集后应尽快进行分析，如不能及时分析，应加硝酸（见5.3）酸化水样至1%进行保存。

6.2 水样的预处理

6.2.1 重铬酸钾—过硫酸钾消解法：

此法适用于地表水、地下水和污水。

取摇匀的1.0～5.0mL污水（或10mL较清洁净地表水、地下水）置于25mL比色管中，稀释至10.0mL，加入0.3mL硫酸（见5.2），0.3mL硝酸（见5.3），混匀。再加入1.0mL重铬酸钾溶液（见5.6），应保持至少15min不退色，否则应予适量补加。然后加入1.0mL过硫酸钾溶液（见5.7），在水浴锅中闭塞保持近沸1h，取下冷却。使用前，逐滴加入盐酸羟胺溶液（见5.9），直至溶液退色，再稀释至刻度。

6.2.2 溴酸钾—溴化钾消解法

此法适用于较清洁地表水、地下水和有机污染物较少的污水。

取5.0～10.0mL水样置于25mL比色管中，加入1.0mL硫酸（见5.2）、1.0mL溴化剂（见5.8),闭塞，摇匀，20℃以上温度下至少放置5min以上。样品中如没有橙黄色溴析出，应适当补加溴化剂，但最多不得超过3.0mL，否则应使用重铬酸钾—过硫酸钾消解法进行处理。使用前，滴加盐酸羟胺溶液还原过剩的溴，用水稀释至刻度。

6.3 样品的测定

6.3.1 设置仪器参数（依仪器型号不同，测量参数会有所变动，以下可作为参考）

6.3.1.1 激发光波长：253.7nm。

6.3.1.2 光电倍增管负高压：240～340V。

6.3.1.3 灯电流：15～55mA。

6.3.1.4 原子化器温度：点火，200℃以上。

6.3.1.5 原子化器高度：8～12mm。

6.3.1.6 载气流量：300～900mL/min。

6.3.1.7 屏蔽气流量：500～1200mL/min。

6.3.1.8 测量方式：标准曲线法。

6.3.1.9 读数方式：峰高或峰面积。

6.3.1.10 读数时间：10～16s。

6.3.1.11 延迟时间：0～2s。

6.3.2 标准曲线的配制

分别准确吸取0.010mg/L汞标准使用液0.0mL、1.0mL、2.0mL、4.0mL、6.0mL、8.0mL、10.0mL加入100mL容量瓶中，用5%盐酸溶液（见5.10）稀释至刻度。此标准系列的浓度分别为：

0.0μg/L、0.10 μg/L、0.20 μg/L、0.40 μg/L、0.60 μg/L、0.80 μg/L、1.00 μg/L。放置 15min 后测定。

6.3.3 测定样品

按照仪器操作规程，预热 30min，接通气源、调整好出口压力，使用 5%盐酸溶液（见 5.10）作为载流，按照仪器工作参数调整好仪器，测定汞标准工作曲线。测定的标准工作曲线相关系数应大于 0.9990，否则应查明原因重新测定标准曲线或用比例法处理数据。

按前述测定程序，先测定样品空白，再按程序依次测定各样品浓度。

7 结果计算

仪器随机软件有自动计算的功能，工作曲线为线性拟合曲线，测定待测样品荧光强度值后减去样品空白荧光强度，代入拟合曲线的一次方程，即得出待测样品浓度。若人工计算，可采用式（1）：

$$C_{待} = \rho \times \frac{V}{V_0} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$C_{待}$——待测样品浓度，单位为微克每升（μg/L）；

ρ——根据待测样品的荧光强度减去样品空白荧光强度后，从工作曲线上查得相应的样品浓度；

V——待测样品经处理、稀释定容后的最终体积；

V_0——所取待测样品的体积。

8 精密度与准确度

8.1 精密度

3个实验室协作实验，测定相对标准偏差结果：水样浓度小于 30μg/L 时，相对标准偏差为 0.22%～4.28%。

8.2 准确度

3个实验室协作实验，测定加标回收率结果：水样浓度小于 30μg/L 时，回收率为 93.0%～104.0%。

9 注意事项

9.1 锥形瓶、容量瓶等玻璃器皿均应及时使用稀硝酸盥洗后冲净使用，防止污染。

9.2 硼氢化钾和硼氢化钠是强还原剂，使用时注意勿接触皮肤和溅入眼睛。

9.3 仪器延迟时间和读数时间根据实验时的具体峰形确定。参考条件会因仪器型号、管路连接长短及粗细的不同而有差异，适当调整使仪器能读出完整的峰高或峰形即可。

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

SL

中华人民共和国水利行业标准

SL 327．3—2005

水质　硒的测定　原子荧光光度法

Water quality — determination of selenium—atomic fluorescence spectrometric method

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

2005-10-21 发布　　2006-01-01 实施

中华人民共和国水利部　发　布

目　　次

前言 …… 17
1　适用范围 …… 18
2　干扰 …… 18
3　方法原理 …… 18
4　仪器 …… 18
5　试剂 …… 18
6　分析步骤 …… 19
7　结果计算 …… 19
8　精密度与准确度 …… 20
9　注意事项 …… 20

https://www.slzjxx.com
水利造价信息网

前　言

本标准在体例格式上遵循《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》（GB/T 1.1—2000）的规定，并参照《水利技术标准编写规定》（SL 1—2002）的要求。

本标准的主要内容包括：水样的保存、水样的预处理方法、原子荧光分析、方法的精密度和准确度。

本标准为全文推荐。

本标准批准部门：中华人民共和国水利部

本标准主持机构：水利部水文局

本标准解释单位：水利部水文局

本标准主编单位：天津市水文水资源勘测管理中心

本标准参编单位：安徽省水文局、北京科创海光仪器有限公司

本标准出版发行单位：中国水利水电出版社

本标准主要起草人：康金栓、刘光学、李怡庭、张延、周良伟、高俊杰、刘海涛

本标准审查会议技术负责人：李青山

本标准体例格式负责人：乐枚

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

水质　硒的测定　原子荧光光度法

1　适用范围

本标准是将氢化物发生技术与原子荧光光谱分析技术相结合测定水中硒，从而实现水样检测的新技术。原子荧光光度法具有操作简便、用样量少、灵敏度高、测量重现性好、自动化程度高、适合大批量分析等特点。本标准适用于地表水、地下水、大气降水、污水及其再生利用水中硒的测定。方法检出限为0.3 μg/L。在1～300μg/L测定范围内，线性良好。大于300μg/L的样品，可稀释后测定。

2　干扰

本标准采用氢化物发生法，使得待测元素与基体分离，干扰很少，常见共存离子和化合物不干扰测定。

3　方法原理

样品经预处理，其中各种形态的硒均转变成四价硒（Se^{4+}），加入硼氢化钾（或硼氢化钠）与其反应，生成气态氢化硒，用氩气将气态氢化硒载入原子化器进行原子化，以硒高强度空心阴极灯作激发光源，硒原子受光辐射激发产生荧光，检测原子荧光强度，利用荧光强度在一定范围内与溶液中硒含量成正比的关系计算样品中的硒含量。

4　仪器

4.1　原子荧光光度计。
4.2　硒高强度空心阴极灯。
4.3　2kW电热板。
4.4　常用玻璃量器。

5　试剂

5.1　本标准所用水均指去离子水或同等纯度的水。
5.2　盐酸（HCl）：$\rho=1.18$ g/mL，优级纯。
5.3　硝酸（HNO_3）：$\rho=1.42$ g/mL，优级纯。
5.4　高氯酸（$HClO_4$）：$\rho=1.67$ g/mL，优级纯。
5.5　氢氧化钾（KOH）：优级纯。
5.6　5%盐酸溶液（体积分数）：量取50mL盐酸（见5.2），缓慢加入950mL水中，摇匀。
5.7　15g/L硼氢化钾（或硼氢化钠）溶液：称取7.5 g硼氢化钾（或硼氢化钠），溶于500mL 0.5 %氢氧化钾（见5.5）溶液中，摇匀。
5.8　硒标准储备液（100.0 mg/L），购置或自配：

准确称取0.1000 g（准确至0.1 mg）光谱纯硒粉，用少量的硝酸（见5.3）溶解，加入2.0 mL高氯酸（见5.4），在沸水浴上加热除去硝酸，稍冷加入少量水和8.4 mL盐酸（见5.2），继续加热2min，然后转移至1000mL的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此标准储备液可保存一年。

5.9　硒标准中间液（5.00 mg/L）：准确移取浓度为100.0 mg/L的硒标准储备液（见5.8）5.0 mL，转入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度。
5.10　硒标准使用液（0.10 mg/L）：准确移取浓度为5.00 mg/L的硒标准中间液（见5.9）10.0 mL，

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

转入500mL容量瓶中，用5%盐酸溶液（见5.6）稀释至刻度。

5.11 氩气：纯度大于99.99%。

6 分析步骤

6.1 水样的保存

采样后水样加硝酸（见5.3）酸化至1%进行保存，一个月内完成测定。

6.2 水样的预处理

准确量取适量水样（准确至0.1mL）置于150mL锥形瓶中，加硝酸（见5.3）3.0～5.0mL，摇匀后置于电热板上加热消解至1.0mL左右。若溶液浑浊不清，则补加硝酸（见5.3）2.0mL，继续消解至溶液澄清透明，并蒸发至近干，冷却，转入25mL比色管中，再加入5.0mL盐酸（见5.2），用水稀释至刻度，放置10min后，待测，同时制备并测定样品空白。

6.3 样品的测定

6.3.1 仪器操作条件（依仪器型号不同，测量参数会有所变动，以下可作为参考）

6.3.1.1 激发光波长：217．6nm。

6.3.1.2 光电倍增管负高压：240～340V。

6.3.1.3 空心阴极灯灯电流：40～90mA。

6.3.1.4 原子化器高度：8～10mm。

6.3.1.5 原子化器温度：点火，200℃以上。

6.3.1.6 载气流量：300～900mL/min。

6.3.1.7 屏蔽气流量：700～1200mL/min。

6.3.1.8 测量方式：标准曲线法。

6.3.1.9 读数方式：峰高或峰面积。

6.3.1.10 读数时间：10～16s。

6.3.1.11 延迟时间：0～2s。

6.3.2 标准曲线的配制

分别准确吸取0.0mL、1.0mL、2.0mL、4.0mL、6.0mL、8.0mL、10.0mL硒标准使用液（见5.10）置于25mL比色管中，再分别加入5.0mL盐酸（见5.2），用水稀释至刻度，此标准系列浓度分别为0.0μg/L、4.0μg/L、8.0μg/L、16.0μg/L、24.0μg/L、32.0μg/L、40.0μg/L，放置10min后测定。

6.3.3 测定样品

按照仪器操作规程，预热30min，接通气源、调整好出口压力，使用5%盐酸溶液（见5.6）作为载流，按照仪器工作参数调整好仪器，测定硒标准工作曲线。测定的标准工作曲线相关系数应大于0.9990，否则应查明原因重新测定标准曲线或用比例法处理数据。

按前述测定程序，先测定样品空白，再按程序依次测定各样品浓度。

7 结果计算

仪器随机软件有自动计算的功能，工作曲线为线性拟合曲线，测定待测样品荧光强度值后减去样品空白值，代入拟合曲线的一次方程，即得出待测样品浓度。若人工计算，可采用式（1）：

$$C_{Se}=\rho\times\frac{V}{V_0} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

C_{Se}——待测样品浓度，单位为微克每升（μg/L）；

ρ——根据待测样品的荧光强度减去样品空白荧光强度后，从工作曲线上查得相应的样品浓度；

V——待测样品经处理、稀释定容后的最终体积；

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

V_0——所取待测样品的体积。

8 精密度与准确度

8.1 精密度

3个实验室测定结果：水样浓度小于300μg/L时，相对标准偏差0.21%～4.43%。

8.2 准确度

3个实验室协作实验，加标回收率结果：水样浓度小于300μg/L时，加标回收率95.2%～105.0%。

9 注意事项

9.1 锥形瓶、容量瓶等玻璃器皿均应及时使用稀硝酸盥洗后冲净使用，防止污染。

9.2 硼氢化钾和硼氢化钠是强还原剂，使用时注意勿接触皮肤和溅入眼睛。

9.3 仪器延迟时间和读数时间根据实验时的具体峰形确定。参考条件会因仪器型号、管路连接长短及粗细的不同而有差异，适当调整使仪器能读出完整的峰高或峰形即可。

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

SL

中华人民共和国水利行业标准

SL 327．4—2005

水质　铅的测定　原子荧光光度法

Water quality — determination of lead—atomic fluorescence spectrometric method

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

2005-10-21 发布　　2006-01-01 实施

中华人民共和国水利部　发　布

目　　次

前言 …… 23
1　适用范围 …… 24
2　干扰 …… 24
3　方法原理 …… 24
4　仪器 …… 24
5　试剂 …… 24
6　分析步骤 …… 25
7　结果计算 …… 26
8　精密度与准确度 …… 26
9　注意事项 …… 26

https://www.slzjxx.com
水利造价信息网

前　言

本标准在体例格式上遵循《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》（GB/T 1.1—2000）的规定，并参照《水利技术标准编写规定》（SL 1—2002）的要求。

本标准的主要内容包括：水样的保存、水样的预处理方法、原子荧光分析、方法的精密度和准确度。

本标准为全文推荐。

本标准批准部门：中华人民共和国水利部

本标准主持机构：水利部水文局

本标准解释单位：水利部水文局

本标准主编单位：安徽省水文局

本标准参编单位：天津市水文水资源勘测管理中心、长江流域水环境监测中心、北京科创海光仪器有限公司

本标准出版发行单位：中国水利水电出版社

本标准主要起草人：周良伟、张延、李怡庭、康金栓、刘光学、臧小平、刘海涛

本标准审查会议技术负责人：齐文启

本标准体例格式负责人：乐枚

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

水质　铅的测定　原子荧光光度法

1　适用范围

本标准是将氢化物发生技术与原子荧光光谱分析技术相结合测定水中铅，从而实现水样检测的新技术。原子荧光光度法与双硫腙分光光度法、原子吸收分光光度法测定水中铅相比，具有基体干扰小、操作简便、用样量少、灵敏度和准确度高、测量重现性好、自动化程度高、适合大批量分析等特点。本标准适用于地表水、地下水、大气降水、污水及其再生利用水中铅的测定。方法检出限1.0μg/L，在2～200μg/L范围内，线性良好。大于200μg/L的样品，可稀释后测定。

2　干扰

本标准采用氢化物发生法，使得待测元素与基体分离，干扰很少，共存离子和化合物不干扰测定。当铅含量为40.0 μg/L时，若共存离子分别为609.2 μg/L三价铁、214μg/L二价锰、201.6 μg/L二价镍、200μg/L二价汞、52360μg/L二价锌、2000μg/L六价铬，对测定无干扰。

3　方法原理

样品经预处理，其中各种形态的铅均转化为四价铅（Pb^{4+}），加入硼氢化钾（或硼氢化钠）与其反应，生成气态氢化铅，用氩气将气态氢化铅载入原子化器进行原子化，以铅高强度空心阴极灯作激发光源，铅原子受光辐射激发产生荧光，检测原子荧光强度，利用荧光强度在一定范围内与溶液中铅含量成正比的关系计算样品中的铅含量。

4　仪器

4.1　原子荧光光度计。
4.2　铅高强度空心阴极灯。
4.3　3kW电热板。
4.4　常用玻璃量器。

5　试剂

5.1　本标准所用水均指去离子水或同等纯度的水。
5.2　硝酸（HNO_3）：$\rho = 1.42$ g/mL，优级纯。
5.3　盐酸（HCl）：$\rho = 1.18$ g/mL，优级纯。
5.4　氢氧化钾（KOH）：优级纯。
5.5　50%盐酸溶液（体积分数）：量取50mL盐酸（见5.3），缓慢加入50mL水中，摇匀。
5.6　5%盐酸溶液（体积分数）：量取50mL盐酸（见5.3），缓慢加入950mL水中，摇匀。
5.7　40g/L草酸溶液：称取4g草酸，溶于适量水中，用水稀释至100mL。
5.8　100g/L铁氰化钾溶液：称取10g铁氰化钾，溶于适量水中，并用水稀释至100mL。用时现配。
5.9　20g/L硼氢化钾（或硼氢化钠）溶液：称取10g硼氢化钾（或硼氢化钠），溶于500mL 0.5 %氢氧化钾（见5.5）溶液中，摇匀。
5.10　铅标准储备液（1000mg/L），购置或自配：准确称取1.5990 g（准确至0.1 mg）硝酸铅（纯度≥99.5 %），溶解于200mL水中，加入20mL硝酸（见5.2），移入1000mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

https://www.slzjxx.com 水利造价信息网

5.11 铅标准中间液（10.0 mg/L）：准确移取浓度为 1000mg/L 的铅标准储备液（见 5.10）10.0mL，转入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

5.12 铅标准使用液（1.00 mg/L）：准确移取浓度为 10.0 mg/L 的铅标准中间液（见 5.11）10.0mL，转入100mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

5.13 氩气：纯度大于 99.99 %。

6 分析步骤

6.1 水样的保存

采样后水样加硝酸（见 5.2）酸化至 1%进行保存，一个月内完成测定。

6.2 水样的预处理

6.2.1 清洁透明的水样

取一定体积（视浓度而定，准确至 0.1 mL）水样于 50mL 容量瓶中，加入 2.0 mL50% 盐酸溶液（见 5.5）、0.5 mL40g/L 草酸溶液（见 5.7），再加入 2.0 mL100g/L 铁氰化钾溶液（见 5.8），用水定容，摇匀。放置 30min 后上机测定。

6.2.2 较浑浊或基体干扰较严重的水样

准确移取 50.0 mL 水样于 100mL 锥形瓶中，加入 3.0 mL 硝酸（见 5.2），于电热板上微沸消解至近干，加水 20mL，加热至近干，再加入 1.0 mL 盐酸（见 5.3），消解至近干，以充分赶去硝酸，至溶液澄清，加入 2.0 mL50% 盐酸溶液（见 5.5）、0.5 mL40g/L 草酸溶液（见 5.7）、2.0 mL100g/L 铁氰化钾溶液（见 5.8），用水定容，摇匀。放置 30min 后待测。

6.3 样品的测定

6.3.1 设置仪器工作参数（依仪器型号不同，测量参数会有所变动，以下可作为参考）

6.3.1.1 激发光波长：228.8 nm。

6.3.1.2 光电倍增管负高压：250～310V。

6.3.1.3 空心阴极灯灯电流：40～90mA。

6.3.1.4 原子化器高度：10～14mm。

6.3.1.5 原子化器温度：点火，200℃以上。

6.3.1.6 载气流量：300～900mL/min。

6.3.1.7 屏蔽气流量：600～1200mL/min。

6.3.1.8 测量方式：标准曲线法。

6.3.1.9 读数方式：峰高或峰面积。

6.3.1.10 读数时间：12～16s。

6.3.1.11 延迟时间：0～2s。

6.3.2 标准工作曲线的配制

分别准确移取铅标准使用液（见 5.12）0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0mL 置于50mL 容量瓶中，各加入 2.0 mL50% 盐酸溶液（见 5.5）、0.5 mL40g/L 草酸溶液（见 5.7）、2.0mL100g/L铁氰化钾溶液（见 5.8），定容至 50mL。此标准系列的浓度分别为 0.0 μg/L、10.0μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、60.0 μg/L、80.0 μg/L、100.0 μg/L，放置 30min 后待测。

6.3.3 样品的测定

按照仪器操作规程，预热 30min，接通气源、调整好出口压力，使用 5% 盐酸溶液（见 5.6）作为载流，按照仪器工作参数调整好仪器，测定铅标准工作曲线。测定的标准工作曲线相关系数应大于 0.9990，否则应查明原因重新测定标准曲线或用比例法处理数据。

按前述测定程序，先测定样品空白，再按程序依次测定各样品浓度。

7 结果计算

仪器随机软件有自动计算的功能，工作曲线为线性拟合曲线，测定待测样品荧光强度值后减去样品空白荧光强度，代入拟合曲线的一次方程，即得出待测样品浓度。若人工计算，可采用式（1）：

$$C_{待} = c \times \frac{V}{V_0} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$C_{待}$——待测样品浓度，单位为微克每升（μg/L）；

c——根据待测样品的荧光强度减去样品空白荧光强度后，从工作曲线上查得相应的样品浓度；

V——待测样品经处理、稀释定容后的最终体积；

V_0——所取待测样品的体积。

8 精密度与准确度

8.1 精密度

6个实验室测定相对标准偏差结果：水样浓度小于200μg/L时，相对标准偏差为0.30%～5.96%。

8.2 准确度

6个实验室测定加标回收率结果：水样浓度小于200μg/L时，加标回收率为92.9%～104.8%。

9 注意事项

9.1 消解水样时务必充分赶尽硝酸，因硝酸有较强的抑制荧光的作用。废液pH值应控制在8～9。

9.2 锥形瓶、容量瓶等玻璃器皿均应及时使用稀硝酸盥洗后冲净使用，防止污染。

9.3 硼氢化钾和硼氢化钠是强还原剂，使用时注意勿接触皮肤和溅入眼睛。

9.4 仪器延迟时间和读数时间根据实验时的具体峰形确定。参考条件会因仪器型号、管路连接长短及粗细的不同而有差异，适当调整使仪器能读出完整的峰高或峰面积即可。

https://www.slzlxx.com 水利造价信息网