

HZ-HJ-SZ-0100

水质—铝的测定—间接火焰原子吸收法

铝是自然界中的常量元素，正常人每天摄入量为10~100mg，由于铝的盐类不易被肠壁吸收，所以在人体内含量不高。铝的毒性不大，过去曾列为无毒的微量元素并能拮抗铅的毒害作用。后经研究表明，过量摄入铝能干扰磷的代谢，对胃蛋白酶的活性有抑制作用，且对中枢神经有不良影响。因此，对洁净水中铝的含量世界卫生组织（WHO）的控制值为0.2mg/L，日本的目标值为0.2mg/L，美国环境保护局（USEPA）暂定为0.05~0.2mg/L。

天然水中铝的含量变化幅度较大，一般为每升几毫克到零点几毫克范围。冶金工业、石油加工、造纸、罐头和耐火材料、木材加工、防腐剂生产、纺织等工业排放废水中都含较高量的铝、氯化铝、硝酸铝、乙酸铝，毒性较大。当铝含量不高时可促进作物生长和增加其中维生素C的含量。当大量铝化合物随污水进入水体时，可使水体自净作用减慢。例如，硝酸铝浓度达到1.0mg/L时，水生生物繁殖会受到抑制。硫酸铝达到150mg/L时，水体自净作用受到抑制。

1 范围

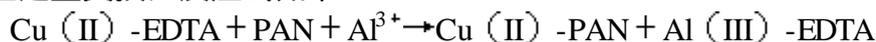
本方法的最低检出浓度为0.1mg/L，测定范围为0.1~0.8mg/L，可用于地表水、地下水、饮用水及较清洁废水中铝的测定。

K^+ 、 Na^+ (各10 mg)， Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Fe^{2+} (各200 μg)， Cr^{3+} (125 μg)， Zn^{2+} 、 Mo^{6+} (各50 μg)， PO_4^{3-} 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} (各1mg) 不干扰20 μg Al^{3+} 的测定。

Cr^{6+} 超过125 μg稍有干扰， Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 干扰严重，但在加入Cu (II) -EDTA前，先加入PAN，则50 μg Cu^{2+} 及50 μg Ni^{2+} 无干扰。 Fe^{3+} 干扰严重，加入抗坏血酸可使 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} ，从而消除干扰， F^- 与 Al^{3+} 形成很稳定的络合物，加入硼酸可消除其干扰。

2 原理

在pH4.0~5.0的乙酸—乙酸钠缓冲介质中及在PAN存在的条件下， Al^{3+} 与Cu (II) -EDTA发生在定量交换，反应式如下：



生成物Cu (II) -PAN可被氯仿萃取，用空气—乙炔测定水相中剩余的铜，从而间接测定铝的含量。

3 试剂

3.1 铝标准贮备液：准确称取 $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ (AR) 1.759g，用0.5% H_2SO_4 溶液溶解，并定容至100mL，此液含铝1.000 mg/mL。

3.2 铝标准使用液：临用前，用0.05% H_2SO_4 溶液将铝标准贮备液逐级稀释，使成为含铝10 μg/mL的标准使用液。

3.3 0.01mol/L乙二胺四乙酸 (EDTA) 溶液：称取乙二胺四乙酸二钠0.372 g，溶于100 mL水中 (使用时稀释10倍)。

3.4 0.1mg/mL铜溶液，称取 $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ 0.039g，溶于100 mL水中。

3.5 1- (2-吡啶偶氮) -2-萘酚 (PAN)：0.1%乙醇溶液。

3.6 乙酸—乙酸钠缓冲溶液，pH4.5：称取 $NaCH_3COO \cdot 3H_2O$ 32g，溶于适量水中，加入冰乙酸24mL，稀释至500mL，用pH计计算加以校准。

3.7 Cu (II) -EDTA溶液，吸取0.001mol/L EDTA溶液5mL于250mL锥形瓶中，加乙酸—乙酸钠缓冲溶液 (pH4.5) 5mL，0.1% PAN乙醇溶液5滴，加热至60~70℃，用0.1mg/mL铜溶液滴定，至颜色由黄变紫红，过量三滴，待溶液冷至室温，用20 mL氯仿萃取，弃有机相。水相

即为Cu(II) - EDTA溶液。

3.8 95%乙醇(A.R)。

3.9 三氯甲烷(A.R)。

3.10 0.1%百里香酚蓝20%的乙醇溶液。

3.11 硼酸溶液, 20g/L。

3.12 抗坏血酸溶液(临用时现配), 50g/L。

4 仪器及工作条件

4.1 原子吸收光度计;

4.2 铜空心阴极灯;

4.3 工作条件。

按仪器使用说明书调节仪器至测定Cu的最佳工作状态。波长: 324.8nm, 火焰种类: 空气-乙炔, 贫火焰(蓝色)。

5 操作步骤

5.1 试样的预处理

取水样100mL于250mL烧杯中, 加入HNO₃ 5mL, 置于电热板上消煮, 待溶液约剩10mL时, 加入2%硼酸溶液5mL, 继续消煮, 蒸至近干。取下稍冷, 加入5%抗坏血酸10mL, 转至100mL容量瓶中, 用水定容。

5.2 试液的制备

准确移取试样0.5~30mL(使Al³⁺ ≤ 50μg)于50mL比色管中, 加入1滴百里香酚蓝指示剂, 用1+1氨水调至刚刚变黄, 然后依次加入pH4.5的HAc-NaAc缓冲溶液5mL, 95%乙醇6mL, 0.1%PAN溶液1mL, 摇匀, 准确加入Cu(II) - EDTA溶液5mL, 用水定容至刻度, 摇匀。在约80℃水浴中加热10min, 冷却至室温, 用10mL氯仿萃取1min, 静置分层。

5.3 试液的测定

按仪器使用说明书调节仪器至最佳工作状态, 测定水相中铜的吸光度。

5.4 校准曲线的绘制

于7支50mL比色管中, 加入铝标准使用液0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0mL, 以下操作同试液的制备。按试液的测定条件测其吸光度, 并绘制铜的吸光度-铝的量(μg)曲线。

6 结果计算

$$c_{\text{铝}}(\text{Al}, \text{mg/L}) = \frac{m}{V}$$

式中: m —从校准曲线上查得样品中铝的微克数(μg);

V —取样的体积(mL)。

7 精密度与准确度

6个实验室对含Al³⁺ 0.5mg/L的统一样品进行分析, 结果为0.50mg/L, 室内相对标准偏差为4.95%, 室间相对标准偏差为4.95%。

注意事项:

- (1) 配制铝标准溶液前, 应先将KAl(SO₄)₂ · 12H₂O在玛瑙研钵中研碎, 平铺于培养皿中, 在硅胶干燥器中放置3天, 以除去湿存水, 再进行称量。
- (2) 需挑选刻线和塞之间空间较大的比色管, 以便于萃取。
- (3) 如水样含量低, 在消解水样时, 可将样品适当浓缩。
- (4) 消解到最后时, 应当将酸尽量赶掉, 否则在下一步调酸度时会因加入的氨水太多, 体积增大, 超出50mL刻度线。

8 参考文献

魏复盛等编著, 水和废水监测分析方法指南(中册), pp. 424~427, 中国环境科学出版社, 北京, 1997。