

石墨炉原子吸收光谱法测定大气降水中镉镍铅

蒋晓凤, 赵 先

(华东理工大学环境工程系, 上海 200237)

摘要: 采用石墨炉原子吸收光谱法测定大气降水中镉、镍、铅, 优化了试验条件。镉在 $0 \mu\text{g/L} \sim 5.00 \mu\text{g/L}$ 范围、镍和铅在 $0 \mu\text{g/L} \sim 20.0 \mu\text{g/L}$ 范围内线性良好, 镉、镍、铅的检出限分别为 $0.03 \mu\text{g/L}$ 、 $0.79 \mu\text{g/L}$ 、 $1.37 \mu\text{g/L}$ 。大气降水样品测定的 RSD 为 $0.8\% \sim 2.6\%$, 加标回收率为 $96.0\% \sim 106\%$ 。

关键词: 镉; 镍; 铅; 石墨炉原子吸收光谱法; 大气降水

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2008)06-0047-02

大气降水中重金属研究可以反映大气污染和地表水污染的信息, 判定大气重金属的来源^[1-3]。对于环境样品中痕量金属元素的分析, 国内大多采用石墨炉原子吸收光谱法^[4]。今采用该方法测定大气降水中镉、镍、铅, 取得了满意的结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

NovAA 400型原子吸收光谱仪(配电子调谐空心阴极灯背景校正、MPE 60自动进样器、横向加热石墨炉、热解涂层石墨管), 镉、镍、铅空心阴极灯, 德国 Analytik jena 公司; 超纯水装置, 英国 ELGA 公司。

1 000 mg/L 镉、镍、铅标准储备液, 德国 Merck KGaA 公司; 硝酸, 优级纯; 试验用水为超纯水。

1.2 样品采集与保存

按照《大气降水样品的采集与保存》(GB 13580.2-92)采集降水样品, 经 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜过

滤后, 储存于聚四氟乙烯瓶中, 加硝酸调节 pH 值为 1~2(防止器壁对金属的吸附), 于 $4 \text{ }^\circ\text{C}$ 保存待测。

2 结果与讨论

2.1 基体影响

石墨炉原子吸收光谱分析中的干扰主要来源于基体。样品基体蒸发, 在短波长范围出现分子吸收或光散射, 产生背景吸收^[5]。测试了大气降水样品中镉、镍、铅的石墨炉原子吸收信号, 结果表明, 各元素的吸收峰形很好, 上升陡直, 下降能迅速回到基线, 而背景吸收峰很小, 几乎呈直线, 说明样品中基体干扰很小。因此, 大气降水样品不需加入基体改进剂即可直接分析, 并可降低灰化和原子化温度, 延长石墨管的使用寿命。

2.2 仪器工作条件

石墨炉原子吸收光谱仪测试条件见表 1。

表 1 石墨炉原子吸收光谱仪测试条件^①

元素	波长 λ/nm	灯电流 I/mA	狭缝 $\Delta\lambda/\text{nm}$	灰化程序			原子化程序		
				温度 $\theta/^\circ\text{C}$	升温速率 $I/(\text{C} \cdot \text{s}^{-1})$	保持时间 t/s	温度 $\theta/^\circ\text{C}$	升温速率 $I/(\text{C} \cdot \text{s}^{-1})$	保持时间 t/s
镉	228.8	3.0	0.8	300	250	10	900	1 500	3
镍	232.0	5.0	0.2	950	250	10	2 100	1 500	5
铅	283.3	3.0	0.8	600	250	10	1 200	1 400	4

①氩气流量 150 mL/min 原子化时停气, 以峰面积定量。

2.3 灰化温度选择

在大气降水样品中加入适量镉、镍、铅标准溶液, 固定干燥程序和原子化程序, 仅改变灰化温度,

收稿日期: 2008-05-09 修订日期: 2008-09-25

作者简介: 蒋晓凤(1973-), 女, 江西吉安人, 实验师, 硕士, 从事化学分析工作。

考察对吸光值的影响, 结果见图 1。

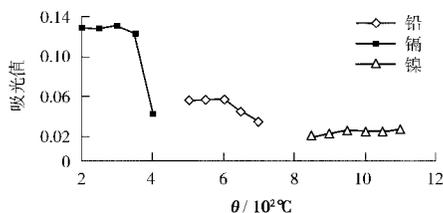


图 1 灰化温度与吸光值关系曲线

在保证待测元素不挥发损失的前提下, 应尽可能提高灰化温度, 去除基体干扰。镉属低温元素, 灰化温度超过 300 °C 时, 吸光值开始下降, 因而确定其灰化温度为 300 °C; 铅的灰化温度超过 600 °C 时, 吸光值开始下降, 说明温度过高使铅损失, 因而确定其灰化温度为 600 °C; 镍在测试温度范围内吸光值变化不大, 在 950 °C 时达到最大值, 低于 950 °C 时峰形不好, 有拖尾现象, 因而确定其灰化温度为 950 °C。

2.4 原子化温度选择

在大气降水样品中加入适量镉、镍、铅标准溶液, 固定干燥程序和灰化程序, 仅改变原子化温度, 考察对吸光值的影响, 结果见图 2。

以产生最大信号时的最低温度确定原子化温度, 有利于延长石墨管寿命^[6]。该试验确定镉、

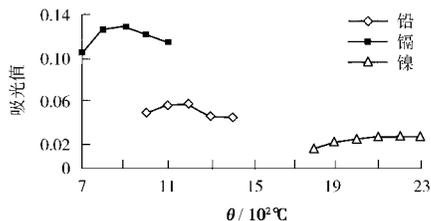


图 2 原子化温度与吸光值关系曲线

镍、铅的原子化温度分别为 900 °C、2 100 °C、1 200 °C。

2.5 方法线性与检出限

用该方法测定镉、镍、铅混合标准溶液系列, 以峰面积对质量浓度绘制工作曲线, 结果见表 2。

按照 IUPAC (国际纯粹与应用化学联合会) 的定义, 以 3σ 确定镉、镍、铅的检出限, 见表 2。

表 2 工作曲线与检出限

元素	线性范围 ρ/(μg·L ⁻¹)	回归方程	相关系数 r	检出限 ρ/(μg·L ⁻¹)
镉	0~5.00	y = 0.0778x + 0.0034	0.9997	0.03
镍	0~20.0	y = 0.0064x + 0.0136	0.9998	0.79
铅	0~20.0	y = 0.0037x + 0.0013	0.9991	1.37

2.6 精密度与加标回收试验

用该方法测定实际大气降水中的镉、镍、铅 (n = 6), 同时作加标回收试验, 结果见表 3。

表 3 精密度与加标回收试验结果

元素	样品		加标量 ρ/(μg·L ⁻¹)	加标样		回收率 %
	测定值 ρ/(μg·L ⁻¹)	RSD %		测定值 ρ/(μg·L ⁻¹)	RSD %	
镉	0.790	2.6	0.250	1.03	1.8	96.0
镍	7.67	2.5	4.00	11.7	1.6	101
铅	18.2	1.8	10.0	28.8	0.8	106

3 结语

采用石墨炉原子吸收光谱法测定大气降水中的镉、镍、铅, 方法简便快速, 检出限低, 精密度与准确度高, 石墨管消耗小, 可用于大气降水中重金属含量研究。

[参考文献]

[1] 胡健, 张国平, 刘丛强. 贵阳市大气降水中的重金属特征 [J]. 矿物学报, 2005, 25: 257.
 [2] 刘昌岭, 任宏波, 陈洪涛, 等. 黄海及东海海域大气降水中的

重金属 [J]. 海洋科学, 2003(9): 64-68.

[3] 许卉, 张经. 山东半岛近岸大气降水中的铅 [J]. 海洋科学, 2002(8): 67-71.
 [4] 姚敏德, 陈小芒, 李绍南. 石墨炉原子吸收法在环境样品测定中的应用 [J]. 环境监测管理与技术, 2001, 13(5): 22-24.
 [5] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4版. 北京: 中国环境科学出版社, 2003: 331-334.
 [6] 柯以侃, 董慧如. 分析化学手册 (第三分册) [M]. 2版. 北京: 化学工业出版社, 2001: 410.

本栏目责任编辑 姚朝英