

• 监测技术 •

平台石墨炉原子光谱法测定底质中镉

戴秀丽¹, 李绍南²

(1. 无锡市环境科学研究所, 江苏 无锡 214023; 2. 苏州市环境科学研究所, 江苏 苏州 215004)

摘要: 提出了用平台石墨炉原子吸收法测定底质中镉的方法, 以 2 g/L PdCl₂ 溶液为基体改进剂, 能有效地消除底质样品的基体效应, 方法简单。用此方法对底质标准样品和太湖底质进行测定, 回收率在 95% ~ 98% 之间, 检测限为 0.03 μg/L, 取得了较满意的结果。

关键词: 平台石墨炉; 原子吸收光谱法; 基体改进剂; 底质; 镉

中图分类号: O 657.31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2000)06-0031-02

Determination of Cadmium in Sediment by Platform Graphite Tube AAS

DAI Xiuli¹, LI Shaonan²

(1. Wuxi Municipal Institute of Environmental Sciences, Wuxi, Jiangsu 214023, China;

2. Suzhou Municipal Institute of Environmental Sciences, Suzhou, Jiangsu 215004, China)

Abstract: It discussed the method to determine cadmium in sediment by platform graphite tube AAS. To take 2 g/L PdCl₂ as matrix modifier, which was simple, can effectively eliminate the matrix effect. The detection limit was 0.03 μg/L, the recovery rate was 95% ~ 98%. The results were satisfactory when the method was applied to the determination of NRCCRM and sediments in Tai Lake.

Key words: Platform graphite tube; AAS; Matrix modifier; Sediment; Cadmium

镉的测定方法已有报道, 但对其测定条件、干扰元素的影响和基体改进剂的类型都不一致。今用热解平台石墨炉和基体改进技术相结合方法, 对几种基体改进剂的改进作用进行了比较。

极灯; 热解平台石墨管; 氘灯。50 g/L (NH₄)₂H₂PO₄ 溶液; 10 g/L Mg(NO₃)₂ 溶液; 100 g/L 酒石酸溶液; 100 g/L 抗坏血酸溶液; 10 g/L La(NO₃)₃ 溶液; 10 g/L ZrOCl₂ 溶液; 2 g/L PdCl₂ 溶液; 5.0 μg/L 镉标准使用液; 所用酸均为优级纯。

1 试验

1.2 操作步骤

1.1 主要仪器与试剂

仪器工作参数和石墨炉升温程序见表 1。

PE 4100 型原子吸收分光光度计; Cd 空心阴

表 1 仪器工作参数和石墨炉升温程序

波 长 λ/nm	灯电流 I/mA	狭 缝 b/nm	载气氩 C/(mL·min ⁻¹)		干 燥		灰 化		原 子 化		清 除	
			干燥	灰化	原子化	温度 t/°C	时间 τ/s	温度 t/°C	时间 τ/s	温度 t/°C	时间 τ/s	
228.8	4	0.7	300	0	80~130	5/25	700	5/20	2100	0/3	2500	1/3

1.2.1 样品制备

底质经自然风干, 研细过 100 目筛, 用四分法分取 200 g 样品保存备用。

1.2.2 样品消解和测试

称样品 0.500 0 g 于 100 mL 烧杯中, 加入王水 10 mL 加热消化蒸至近干, 冷却, 加入适量高氯

酸, 加热消化至冒浓白烟, 加 6 mol/L 盐酸 5 mL 煮沸, 冷却, 过滤, 清液待测。同时做样品水分校正。

吸取基体改进剂 5 μL, 样品 20 μL 注入石墨管, 测定吸光值, 由校准曲线回归方程式算出待测

收稿日期: 1999-05-21; 收订日期: 2000-06-28

第一作者简介: 戴秀丽(1966-), 女, 江苏海门人, 工程师, 大学。

元素的含量($\mu\text{g/L}$), 自动折算成 mg/kg 。

2 结果与讨论

2.1 灰化温度的选择

在升温程序中只改变灰化温度, 灰化温度以 $300\text{ }^\circ\text{C}$ 为起点, 再以 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 的间隔逐步升高, 测定每点峰面积(A. S)的吸光值, 做镉灰化温度曲线(图1)。从图1看出, 不加任何基体改进剂, 灰化温度在 $400\text{ }^\circ\text{C}$, 镉开始严重损失, 对排除干扰基体不利。故需加入基体改进剂以提高镉的灰化温度。对 $3\text{ }\mu\text{g/L}$ 镉, 进样 $20\mu\text{L}$ 进行试验, 分别加入 50 g/L $(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$ 溶液, 10 g/L $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ 溶液, 100 g/L 酒石酸溶液, 100 g/L 抗坏血酸溶液, 10 g/L $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ 溶液, 10 g/L ZrOCl_2 溶液和 2 g/L PdCl_2 溶液各 $5\text{ }\mu\text{L}$, 发现 Pd 可把镉灰化温度提高到 $700\text{ }^\circ\text{C}$, 而其他试剂均不如 Pd 好。为此, 选择 Pd 作基体改进剂, 灰化温度为 $700\text{ }^\circ\text{C}$ 。

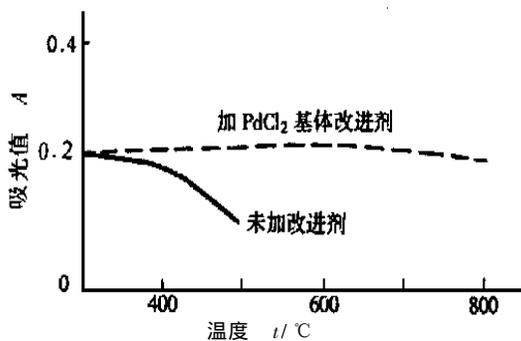


图1 Cd的灰化曲线

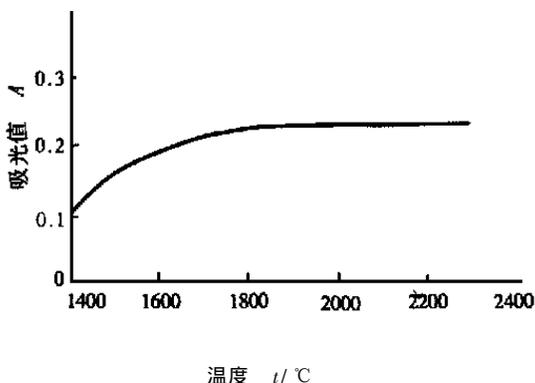


图2 Cd的原子化曲线

2.2 原子化温度的选择

以 PdCl_2 作基本体改进剂, 固定镉的灰化温度为 $700\text{ }^\circ\text{C}$ 。从 $1400\text{ }^\circ\text{C}$ 开始原子化, 其后每步增加 $100\text{ }^\circ\text{C}$, 绘制原子化温度曲线(图2)。从图2可知, 在原子化温度 $1900\text{ }^\circ\text{C}$ 以下, 镉尚不能完全原子

化, 当温度高于 $1900\text{ }^\circ\text{C}$, 原子化则臻于完全, 为延长石墨管的使用寿命, 选用 $2100\text{ }^\circ\text{C}$ 。

2.3 基体改进剂的增感效果

对 $3\text{ }\mu\text{g/L}$ 镉, 进样量 $20\text{ }\mu\text{L}$, 分别加入上述基体改进剂各 $5\text{ }\mu\text{L}$, 测定吸光值(峰面积)列于表2。从表2看出, 仅有 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, ZrOCl_2 , PdCl_2 有较好的增感效果, 以 Pd 的增感效果最好, 故选择 2 g/L PdCl_2 作为底质样品镉的基体改进剂。

表2 基体改进剂对 Cd 的增感效果 峰面积

基体改进剂	未加改进剂 吸光值	加入改进剂后 吸光值	增感效果
$50\text{ g/L}(\text{NH}_4)_2\text{H}_2\text{PO}_4$	0.167	0.162	0.97
$10\text{ g/L Mg}(\text{NO}_3)_2$	0.167	0.224	1.32
100 g/L 酒石酸	0.167	0.162	0.97
100 g/L 抗坏血酸	0.168	0.163	0.97
$10\text{ g/L La}(\text{NO}_3)_3$	0.168	0.207	1.23
10 g/L ZrOCl_2	0.168	0.220	1.31
2 g/L PdCl_2	0.168	0.235	1.40

2.4 校准曲线和检测限

测定一系列镉标准溶液表明, 在 $0.7\text{ }\mu\text{g/L} \sim 5.0\text{ }\mu\text{g/L}$ 范围内校准曲线呈良好线性关系, $y = 0.998x$ 以上, 特征量为 $0.6\text{ pg}/0.0044\text{ A.S.}$, 检测限 $0.03\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

2.5 回收率

用国家标准物质研究中心底质标准物质和太湖底质样品进行测定, 结果列表3和表4。

表3 标准物质中 Cd 测定结果 ($n = 4$) mg/kg

标准物质	测定均值	保证值	相对误差/%
GBW08301Cd	2.35	2.45 ± 0.3	4.1
GSS-8Cd	0.12	0.13 ± 0.02	7.7

表4 太湖底质样品回收率 $\mu\text{g/L}$

样品含量	加入量	加标样量	回收率/%
0.24	0.50	0.72	95.2
1.60	1.25	2.83	98.4

由表3和表4可见, 国家标准物质的测定结果在保证值范围内, 太湖底质样品的回收率在 $95.2\% \sim 98.4\%$ 之间, 表明方法准确可靠。