

# 高灵敏雾化-火焰原子吸收光谱法 测定烟尘中低含量铅

顾咏红

(苏州新区环境监测站, 江苏 苏州 215011)

**摘要:** 将高灵敏雾化技术用于火焰原子吸收光谱法, 并测定了烟尘样品中的低含量铅, 取得较满意的结果。当采样 300 L、样品溶液为 25 mL 时, 铅的检测限可达  $0.0012 \text{ mg/m}^3$ , 方法标准曲线线性范围为  $0 \text{ mg/L} \sim 1.0 \text{ mg/L}$ , 相对标准差小于 4.5%, 加标回收率在 87% ~ 97% 之间, 并具有简便快速等特点。

**关键词:** 高灵敏雾化; 火焰原子吸收法; 铅; 烟尘

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2002)06-0028-02

## High Sensitive Nebulization- Flame AAS to Determine Low Concentration Pb in Smoky

GU Yong-hong

(Environmental Monitoring Station of Suzhou New District, Suzhou, Jiangsu 215011, China)

**Abstract:** To determine the low concentration Pb with Flame AAS plus high sensitive nebulization. When sampling 300 mL, sample solution was 25 mL, the detection limit was  $0.0012 \text{ mg/m}^3$ , the lineal limit of standard curve was  $0 \text{ mg/L} \sim 1.0 \text{ mg/L}$ , relative standard deviation was less 4.5%, sampling recovery rate was between 87% ~ 97%.

**Key words:** High sensitive Nebulization; Flame AAS; Pb; Smoke

应用原子吸收光谱法测定环境样品中的低含量铅, 有石墨炉法<sup>[1-3]</sup>、氢化物发生法<sup>[3,4]</sup>和萃取-火焰原子吸收法<sup>[2]</sup>, 这些方法大多操作繁琐。今将高灵敏雾化技术用于火焰原子吸收法测定低含量金属, 取得较满意的结果。

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器与试剂

岛津 AA6800 型原子吸收光谱仪; 高灵敏雾化器; 铅空心阴极灯;  $10.0 \text{ mg/L}$  铅标准使用液; 用  $0.25 \text{ mol/L HClO}_4$  稀释  $200 \text{ mg/L}$  铅标准储备液而成; 硝酸、盐酸和高氯酸均为优级纯。

#### 1.2 仪器工作参数

火焰原子吸收光谱仪工作参数见表 1。

表 1 仪器工作参数

波长 $\lambda/\text{nm}$	灯电流 $I/\text{mA}$	狭缝 $l/\text{nm}$	火焰高度 $h/\text{mm}$	空气量 $q_1/(\text{L} \cdot \text{min}^{-1})$	乙炔量 $q_2/(\text{L} \cdot \text{min}^{-1})$
217.0	10	0.5	7	8.0	2.0

#### 1.3 试验方法

##### 1.3.1 样品处理

将采集铅尘的聚氯乙烯滤膜(以  $20 \text{ L/min} \sim 30 \text{ L/min}$  采取烟尘 300 L) 小心折好, 置于 50 mL 高型烧杯中。加入硝酸 10 mL、盐酸 5 mL、水 20 mL, 于  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  电热板上加热至溶液体积约剩 15 mL。取下冷却, 过滤于 50 mL 高型烧杯中, 盖上表面皿, 继续加热至刚好冒白烟。取下冷却, 用水冲洗表面皿和杯壁, 加热, 敞口冒烟至样液体积约为 0.5 mL 止(切勿蒸干)。移入 25 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。同时制备空白溶液, 与标准曲线溶液一起测定。

##### 1.3.2 标准曲线的绘制

取 25 mL 容量瓶 6 只, 向其中各加入去离子水 10 mL, 高氯酸 0.5 mL, 分别加  $10.0 \text{ mg/L}$  铅标准使用液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 和 2.50 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。在

收稿日期: 2002-05-10; 修订日期: 2002-09-22

作者简介: 顾咏红(1974—), 女, 江苏苏州人, 助理工程师, 学士, 从事环境监测与质量管理工作。

此 0.0 mg/L~1.0 mg/L 标准系列溶液范围内, 标准曲线呈良好的线性关系,  $A = 0.0769C$ ,  $r = 0.9999$ 。

## 2 结果与讨论

### 2.1 波长选择

选用铅的理论分析线 283.3 nm 或 217.0 nm 处测定。在用 217.0 nm 时, 经仪器自动波长扫描应为 216.83 nm。

### 2.2 酸及酸度的选择

试验了  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$  和  $\text{HClO}_4$  及其质量浓度对铅测定的影响。结果表明, 这 3 种酸在 0.1 mol/L~0.6 mol/L 范围内均无明显影响。今选择 0.25 mol/L  $\text{HClO}_4$  为测定的酸体系, 即在 25 mL 溶液中, 加  $\text{HClO}_4$  0.5 mL。

### 2.3 基体的影响

烟尘样品中影响铅测定的主要基体不是金属离子, 而是滤膜溶于溶液中的有机物质。用加入高氯酸 5 mL 加热消解, 充分冒烟进行破坏加以消除, 可不用氘灯扣除基体背景。

### 2.4 检测限、精密度和加标回收率

按试验方法制备空白溶液, 每次取 25 mL, 连续测定 11 次, 以 3 倍标准差和采样体积 300 L 计算, 铅的检测限为 0.0012 mg/m<sup>3</sup>。

对 3 个实际烟尘样品中的铅连续测定 4 次, 平均值在 0.0165 mg/m<sup>3</sup>~0.0350 mg/m<sup>3</sup> 范围内, 相对标准差小于 4.5%。加标回收率为 87%~97%。结果表明, 该法用于烟尘低含量铅的测定是可靠和可行的, 并具有简便快速等特点。

### [参考文献]

- [1] 吴华, 吴福全, 李绍南. 纵向塞曼恒温平台石墨炉原子吸收测定环境水样中痕量铅砷铜镉[J]. 中国环境科学, 1988, 18(4): 374-375.
- [2] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第3版, 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 136-146.
- [3] 崔九思, 王钦源, 王汉平. 大气污染监测方法[M]. 第2版, 北京: 化学工业出版社, 1997. 680-694.
- [4] 刘国尧, 代宁, 史红雨, 等. 氢化物发生-原子吸收光谱法测定环境水样中的铅[J]. 环境监测管理与技术, 1996, 8(7): 26-28.

## • 书讯 •

### 环境监测技术基本理论(参考)试题集

该书由数十名全国资深环境监测专家命题和编撰而成, 它汇集了国家环境保护总局在 1997 年—1999 年间, 组织的全国环境监测技术人员持证上岗考核专家组的命题和答案, 以及这批专家的最新命题和答案。

全书共为 4 篇 18 章, 内容包括:

① 环境监测基础知识: 环境保护法律、法规、标准及规定; 环境监测实验室基础。

② 环境监测质量保证: 环境监测质量保证的基本理论; 常用数理统计。

③ 环境监测专业知识: 水和废水监测分析; 水生生物监测; 土壤、固体废弃物监测; 空气和废气样品的采集和分析; 噪声和振动监测; 放射性和电磁辐射监测等。

④ 仪器分析: 比色和分光光度分析; 原子吸收分光光度分析; 电感耦合高频等离子发射光谱分析; 气相色谱分析; 液相色谱分析; 离子色谱分析; 气相色谱-质谱联用分析; 电化学分析等的理论和实践知识。

该书内容丰富、覆盖面广, 是环境监测技术人员复习和巩固环境监测技术理论的重要资料, 也是环境监测技术管理者, 组织持证上岗考核的重要参考资料, 同时也适合水文、资源、海洋、化工、冶金等部门及工矿企业环境监测站技术人员、大专院校有关专业的师生参考使用。

该书由中国环境科学出版社出版, 共计 40 万字, 定价为 35.00 元/册, 另收邮寄包装费 20%, 合计 42.00 元/册。欢迎订阅。

通信地址: 北京市昌平区回龙观文化居住区风雅园三区 8-2-304

邮政编码: 102208

联系人: 冷文宣

联系电话: (010)81713085 (010)88452762 13910871349(移动电话)

木子