

·监测技术·

# 氯化铵-火焰原子吸收光谱法测定地表水中的总铬

马长文<sup>1</sup>,何康林<sup>2</sup>,徐正华<sup>2</sup>

(1.中国矿业大学资源与地球科学学院,江苏 徐州 221008;2.中国矿业大学环境与测绘学院,江苏 徐州 221008)

**摘要:**应用原子吸收法测定水样中的总铬,在不同条件下对空白样品、标准样品和实际样品进行试验分析,进一步验证了方法的准确度和精密度,加标回收率在96.8%~103%之间,相对标准偏差为2.1%。试验表明,该方法准确可靠,实际操作具有可行性,适用于工业废水和受污染地表水中总铬的测定。

**关键词:**氯化铵-火焰原子吸收光谱法;总铬;地表水

**中图分类号:**0657.31 **文献标识码:**B **文章编号:**1006-2009(2003)02-0026-02

## Study on the Determination of Total Chromium in Surface Water by NH<sub>4</sub>Cl-Flame Atomic Absorption Spectrometry

MA Chang-wen<sup>1</sup>, HE Kang-lin<sup>2</sup>, XU Zheng-hua<sup>2</sup>

(1. College of Resource &amp; Globosity Science, China University of Mining and Technology, Xuzhou, Jiangsu 221008 China; 2. College of Environment and Spatial Informatics, China University of Mining and Technology, Xuzhou, Jiangsu 221008, China)

**Abstract:** To detect total chromium in surface water by NH<sub>4</sub>Cl-flame atomic absorption spectrometry. With the test and analysis about the blank samples, reference samples and actual samples, this method's accuracy and precision was tested. The recovery rate of add standard was between 96.8% and 103%, relative standard deviation was 2.1%. This method was accurate, simple and operative, and was suitable to the detection of total chromium in industrial waste-water and polluted surface water.

**Key words:** NH<sub>4</sub>Cl-flame atomic absorption spectrometry; Total chromium; Surface water

制革、印染、金属表面处理等行业是铬污染的来源。铬的价态不同,毒性有很大差异,六价铬的毒性比三价铬强100倍以上,铬对人体皮肤和粘膜有刺激性,会导致人体许多部位的癌变,已被确认为致癌物。

目前测定总铬多用二苯碳酰二肼分光光度法或硫酸亚铁铵滴定法(适用于铬质量浓度高于1 mg/L)<sup>[1-3]</sup>。这两种方法都是先将三价铬氧化为六价铬,测试操作繁琐,易产生误差。今应用氯化铵-火焰原子吸收光谱法直接测定水样中总铬含量,取得较好结果。

### 1 主要仪器及试剂

#### 1.1 仪器

TAS-986原子吸收分光光度计和铬空心阴极灯,北京普析通用仪器有限责任公司。

#### 1.2 试剂

1.0 g/L铬标准储备液:称取重铬酸钾2.828 g于200 mL去离子水中,加入浓硝酸2 mL,定容在1 000 mL容量瓶中;10.0 mg/L铬标准溶液:取铬标准储备液稀释,现用现配;硝酸、高氯酸均为优级纯;100 g/L氯化铵溶液。

试验所用玻璃器皿均需用7.5 mol/L硝酸浸泡,然后用自来水冲洗,再用去离子水冲洗干净。

#### 1.3 仪器工作参数

收稿日期:2002-12-30;修订日期:2003-03-12

作者简介:马长文(1979—),女,江苏沭阳人,硕士生,从事地下水污染机理和防治技术研究工作。

波长 357.9 nm; 光谱带宽 0.2 nm; 灯电流 10 mA; 空气流量: 6.0 L/min; 乙炔流量: 1.8 L/min; 富燃性火焰。

## 2 样品处理及测定

### 2.1 采样

样品采集于聚乙烯瓶中, 在采样现场加浓硝酸酸化至 pH < 2。

### 2.2 样品测定

取 100 mL 混合均匀的水样于 200 mL 烧杯中, 加入硝酸 5 mL, 加热消解, 确保样品不沸腾, 蒸至 10 mL 左右, 加入硝酸 5 mL 和高氯酸 2 mL, 继续消解, 再蒸至 1 mL 左右, 取下冷却后加水溶解残渣, 通过酸洗过的中速滤纸过滤在 100 mL 容量瓶中, 加入 100 g/L 氯化铵溶液 4 mL, 用水定容。同时用 0.05 mol/L 硝酸 100 mL 做全程空白测定。

将仪器调至最佳工作状态, 用 0.05 mol/L 硝酸调零, 待仪器稳定后, 开始测量。

### 2.3 标准曲线绘制

移取 1.0 g/L 铬标准储备液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中, 配制成 10.0 mg/L 铬标准溶液。取一系列此溶液于 1 组 100 mL 容量瓶中, 用 0.05 mol/L 硝酸稀释, 分别配成质量浓度 0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L 和 1.00 mg/L 溶液, 按选定仪器条件绘制标准曲线, 相关系数为 0.999 2。

## 3 结果及讨论

### 3.1 实际样品测定

徐州市荆马河 2 个样品测定结果列于表 1。

### 3.2 精密度和准确度

对 0.40 mg/L 标准样作 6 次平行测定, 均值为 0.398 mg/L, 相对标准偏差为 2.1%, 符合环境化学分析精密度要求; 相对误差为 5%, 准确度亦较高。

表 1 荆马河水样测定结果 ( $n = 6$ )

水样	测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	相对标准差 / %
1	0.732	1.2
2	0.678	1.2

### 3.3 加标回收率

对实际样品进行 10 次加标回收测定, 回收率在 96.8% ~ 103% 之间, 加标回收较好。

### 3.4 干扰及排除

铬的原子吸收干扰主要有 3 方面:

(1) 铬的特征谱线与镍、铅等元素接近, 为了排除它们的吸收干扰, 试验选用较窄的光谱带宽来提高灵敏度, 加入的氯化铵也起到抑制作用。

(2) 铬在空气-乙炔火焰中燃烧会生成难挥发性氧化物, 可采用富燃性还原火焰抑制其形成, 同时加入氯化铵去除镍、铁等的干扰, 氯化铵使铬以铬酰氯形式挥发, 获得较高灵敏度。

(3) 水硬度较高, 在火焰中形成的固体碳酸盐颗粒会散射来自光源的入射辐射, 使得吸收信号产生一个明显的增值, 可用氘灯背景校正器, 自动进行背景校正。

通过上述空白样、标准样的测定和加标回收试验, 表明氯化铵-火焰原子吸收光谱法测定地表水中总铬的方法灵敏度高, 准确度和精密度好, 适用于工业废水及受污染的地表水中总铬的测定。

### [参考文献]

- [1] 刘荣臻. 火焰原子吸收法测定废水中总铬[J]. 环境监测管理与技术, 2000, 12(1): 35.
- [2] 《水和废水监测分析方法指南》编委会. 水和废水监测分析方法指南[M]. 上册, 北京: 中国环境科学出版社, 1994. 61-65.
- [3] JANUSA MICHAEL J A. Recent applications of flame atomic absorption spectrometry to environmental measurements[J]. Applied Spectroscopy Reviews, 2002, 35(12): 802-805.

### ·简讯·

## 中国环境监测总站完成《2002 年中国近岸海域环境质量公报》

近日, 中国环境监测总站已完成《2002 年中国近岸海域环境质量公报》。公报显示: 全国近岸海域水质污染程度有所减轻, 以一、二类海水为主, 占 49.61%, 比 2001 年提高 8.21 个百分点; 四类、超四类海水占 35.05%, 下降 10.15 个百分点。东海近岸海域污染较重, 黄海相对较轻。营口、盘锦、长江口、杭州湾、三门湾、乐清湾、泉州湾、九龙江河口等重点区域污染较重, 为超四类水质; 葫芦岛、日照、青岛风景区、烟台、丹东、大连湾、诏安湾、东山湾、湄州湾、南通、三亚、长岛和长海近岸海域水质较好。影响我国近岸海域水质的主要污染因子是无机氮和活性磷酸盐; 部分海域的石油类、铅和化学需氧量超标; 个别海域的铜、汞和镉超标。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2003 年第 1、2 期