

火焰原子吸收分光光度法测定鱼内脏及河流底泥中的铜

程 滢, 张莘民

(泰州市环境监测中心站, 江苏 泰州 225300)

摘 要:采用火焰原子吸收分光光度法测定鱼内脏及河流底泥中的铜。鱼内脏经组织捣碎机捣成匀浆后,加硝酸消解;底泥则经氢氟酸和高氯酸消化。该方法具有灵敏度高,精密度和回收率较好等特点。

关键词:火焰原子吸收分光光度法;铜;鱼内脏;底泥

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2003)02-0028-01

Determination of Copper in Fish's Viscera and River's Bed Mud by Flame Atomic Absorption Spectrometry

CHENG Ying, ZHANG Xin-min

(Taizhou Environmental Monitoring Center, Taizhou, Jiangsu 225300, China)

Abstract: To detect Cu in fish's viscera and river's bed mud by flame atomic absorption spectrometry. Fish's viscera was pounded to homogenate, digested by HNO_3 . Bed mud was digested by HF and HClO_4 . This method had there advantages such as high sensitivity, high precision and high recovery rate.

Key words: Flame atomic absorption spectrometry; Copper; Fish's viscera; River's bed mud

铜是人体必不可少的元素,但水中铜超过 0.01 mg/L 时,会对鱼类产生毒性,从而通过食物链影响人体健康。电镀、冶炼、五金、石油化工等部门排放的废水中含铜。现对某市一生产颜料工厂排放的废水进行测定,以了解该类废水对周围河流底泥及鱼塘内鲫鱼、鲤鱼的内脏中铜含量的影响。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

PE-700 型火焰原子吸收分光光度计; DS-1 高速组织捣碎机。硝酸, $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$, 优级纯; 氢氟酸, 优级纯; 高氯酸, 优级纯; 50.0 mg/L 铜标准使用液。

1.2 测定条件

波长 324.8 nm; 灯电流 15 mA; 狭缝宽度 0.7 nm; 空气流量 17 L/min; 乙炔流量 2 L/min。

1.3 标准曲线的制备

分别吸取 50.0 mg/L 铜标准使用液 0.0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 和 10.00 mL, 于 6 只 100 mL 容量瓶中, 用 0.2 mol/L 硝酸定容, 进行

测定并绘制标准曲线。回归方程: $y = 0.0523x + 0.002$, $r = 0.9999$ 。

1.4 样品预处理

1.4.1 鱼内脏

将鱼内脏切成小块, 放入组织捣碎机中捣成匀浆, 移入瓷坩埚, 加硝酸 5 mL 放置 0.5 h, 小火蒸干, 继续加热炭化, 移入高温炉中, 于 $500 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 灰化 1 h, 取出冷至室温, 加硝酸 1 mL 浸湿灰分, 小火蒸干, 再移入高温炉中, 于 $525 \text{ }^\circ\text{C}$ 灰化 1 h, 冷却后取出, 用 3 mol/L 硝酸 1 mL 溶解 4 次, 移入 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度^[1], 同时制备空白样, 一起测定。

1.4.2 河流底泥

称取 0.1000 g ~ 0.5000 g 样品, 置于聚四氟乙烯烧杯中, 加浓硝酸 10 mL, 待剧烈反应停止后, 移至低温电热板上, 加热分解至液面平静, 取下稍冷, 加入氢氟酸 5 mL, 加热煮沸 10 min, (下转第 30 页)

收稿日期: 2002-11-10; 修订日期: 2003-01-15

作者简介: 程 滢(1972—), 女, 江苏泰州人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

时间不少于 30 min。高浓度标准气不宜配制太浓,否则会因蒸气饱和而出现冷凝,特别要注意浓度、室温和平衡时间。

1.4 分析方法

1.4.1 校准曲线的绘制

分别取中间浓度标准气 0 μL 、20 μL 、40 μL 、100 μL 、500 μL 注入充有氮的 100 mL 注射器中,平衡 20 min,抽取 0.60 mL 进样分析。以峰面积(5 Hz \times s)对各自的浓度进行线性回归绘制出各自校准曲线,见表 1。

表 1 卤代烃校准曲线回归方程和检出限

卤代烃	回归方程	相关系数	检出限 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{m}^{-3})$
CHCl_3	$y = 0.38 + 17.5x$	0.999 9	0.05
CCl_4	$y = -1.13 + 119x$	0.999 7	0.008
C_2HCl_3	$y = 0.38 + 51.8x$	0.999 9	0.02
C_2Cl_4	$y = -1.55 + 148x$	0.999 5	0.007

1.4.2 样品采集和测定

采样注射器应洗净吹干,采样时先抽取现场空气冲洗注射器 3~4 次再采集样品,注射器活塞应向上放置,保证注射器内为正压,以防污染。

当气温低时,样品易冷凝在注射器内壁上,样品送到实验室后须于 20 $^{\circ}\text{C}$ 以上室温环境中平衡 30 min 再行进样。

用 100 mL 注射器采集气样后直接进样分析,以保留时间定性,峰面积定量,可用单点外标法计算结果或直接从校准曲线上求出结果。

(上接第 28 页)

取下冷却,加入高氯酸 5 mL,蒸发至近干,再加高氯酸 2 mL,蒸发至近干(残渣为灰白色),冷却,加入 0.2 mol/L 硝酸 25 mL,煮沸溶解残渣,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度^[2],同时制备空白样,一起测定。

2 结果与讨论

2.1 样品的测定结果

测定了受该颜料厂废水污染的鱼塘内鱼内脏的铜含量和附近 4 条河流底泥中的铜含量,鲫鱼内脏含铜量为 5.18 mg/kg,鲤鱼为 4.47 mg/kg,低于食品卫生标准 10 mg/kg^[3];4 条河流底泥铜含量分别为 46 mg/kg、59 mg/kg、120 mg/kg 和 340 mg/kg,均低于土壤环境质量标准中的 3 级标准^[4]。

2 结果与讨论

2.1 检出限

以该色谱条件下的 2 倍基线噪声为检出限,结果见表 1。

2.2 精密度和准确度

分别取 20 μL 和 100 μL 中间浓度标准气于充有 100 mL 无污染空气的注射器中,作为高、低浓度的模拟环境样品进行连续 7 次测定,4 种卤代烃平均相对标准偏差为 3.4%~7.6%,平均加标回收率在 94%~106% 之间。

2.3 样品稳定性

取 100 μL 中间浓度标准气于充有 100 mL 空气的注射器内,对其浓度每 6 h 测定 1 次。12 h 内三氯甲烷、四氯化碳、三氯乙烯、四氯乙烯的浓度分别下降了 4.5%、5.2%、5.4%、14.5%,24 h 内则分别下降了 13.0%、15.1%、15.7%、27.0%,可见这 4 种气体均不很稳定,尤以四氯乙烯为甚。为了控制分析误差,样品须尽快分析,三氯甲烷、四氯化碳和三氯乙烯需在 12 h 内分析完毕,而四氯乙烯则需在 8 h 内分析完毕。此外,也可采取配制标准气和采样同步进行、同步分析,以减少误差。

[参考文献]

- [1] 张莘民,徐朝,李爱强.气相色谱法测定环境空气中的卤代烃[J].中国环境监测,2000,特刊:60-62.
- [2] 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,1997.620-625.

2.2 精密度和加标回收率

取 4 种不同浓度的铜溶液重复测定 5 次,相对标准差 < 1%,精密度较好。对鱼内脏进行加标回收试验,回收率为 101%,回收亦较好。

用火焰原子吸收分光光度法测定鱼内脏和河流底泥中的铜,具有灵敏度高,精密度和准确度较好等特点。测定结果表明,铜在鱼体内尚未严重富集,鱼体内铜的含量并未超标,该颜料厂所排废水对周围河流底泥影响不大。

[参考文献]

- [1] GB/T 5009-1996,食品中铜的测定方法[S].
- [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,1987.445.
- [3] GB10792-89,食品卫生标准[S].
- [4] GB15618-1995,土壤环境质量标准[S].