

高频电感耦合等离子体发射光谱法测定污水 中 10 种元素

陈凌云

(国家城市排水监测网·广州市城市排水监测站, 广东 广州 510655)

摘要: 试验了高频电感耦合等离子体发射光谱法同时测定污水中 Fe、Zn、Cu、Mn、Pb、Cd、As、Ca、Cr 和 Al 等 10 种低含量元素的方法。方法的检测限能满足污水的测定要求, 并具有较好的稳定性。10 种元素的相对标准差均 < 5%, 回收率在 93% ~ 101% 之间。

关键词: 高频电感耦合等离子体发射光谱法; 污水; 元素

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2003)04-0030-02

Determination of Ten Trace Elements in Sewage by ICP-AES

CHEN Ling yun

(National Monitoring Net of Municipal Drainage·Guangzhou Municipal Drainage Monitoring Center,
Guangzhou, Guangdong 510655, China)

Abstract: In this paper, a method of determining ten trace elements (including Cu, Fe, Mn, Pb etc) in wastewater by ICP-AES was studied. The detection limits of this method are suitable to detect wastewater. Meantime, this method is good at reproducibility. The RSD of ten elements are less than 5%. The recovery rates are between 93% ~ 101%. It is significant to evaluate trace elements in wastewater rapidly and accurately.

Key words: ICP-AES; Sewage; Trace elements

随着城市建设和现代工业生产的迅猛发展, 生活污水和工业废物的排放量逐年增大, 严重污染了自然环境, 尤其是某些重金属的污染更直接或间接地危害着人体健康。因此, 对生活污水和工业废水中多种重金属元素进行及时、准确地监测和控制, 显得日益重要, 电感耦合等离子体发射光谱法能满足这方面的要求^[1-3]。它具有速度快、检测限低、灵敏度高、线性范围宽、能同时测定多种元素等优点, 越来越多地被应用于矿业、制药、生物等行业的低含量元素的检测。今就电感耦合等离子体发射光谱法同时测定生活污水和工业废水中多种元素的可行性和准确性问题进行探索。

1 实验

1.1 主要仪器与试剂

OPTIMA-4300 全谱直读高频电感耦合等离子

体发射光谱仪, 中阶梯光圈, 分段 CCD 检测器, 具有水平和垂直 2 种观测方式; 所有玻璃器皿均用 7.5 mol/L 硝酸浸泡 24 h 后, 用重蒸蒸馏水冲洗, 干燥备用。硝酸, $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$, 优级纯; 高纯氩, 99.999%; 1 000 mg/L 标准贮备液, 国家标准试样中心; 标准样品, 国家标准物质中心。

1.2 实验步骤

1.2.1 样品制备

样品采集于聚乙烯瓶中, 立即加浓硝酸酸化至 $\text{pH} < 2$ 。

取一定体积的均匀样品, 加入硝酸若干毫升 (视取样体积而定, 通常每 100 mL 样品加 50 mL 硝酸), 置电热板上加热, 确保溶液不沸腾, 缓慢蒸至

收稿日期: 2002-11-27; 修订日期: 2003-05-26

作者简介: 陈凌云 (1976-), 女, 上海人, 助理工程师, 学士, 主要从事光谱分析工作。

近干(切勿把溶液蒸干),取下冷却,反复进行这一过程,直至试样溶液颜色变浅或保持不变,冷却,再加少量重蒸蒸馏水,置电热板上缓慢加热使残渣溶解,最后用稀硝酸定容,使试液含 5% 硝酸。同时制备试剂空白溶液。

1.2.2 高频电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件
高频发生器功率 1 300 W;自动积分时间为 1 s ~ 10 s;载气(氩气) 0.80 L/min;辅助气(氩气) 0.2 L/min,冷却气(氩气) 15 L/min;观测方式轴向或径向。

1.2.3 测定

选定分析元素波长,分别把试剂空白溶液和标准溶液吸入等离子体的高频炬管中,采用两点法制作校准曲线($r > 0.9999$),即可进行样品测定。

2 实验结果与讨论

2.1 分析线的选择与测定下限

根据高频电感耦合等离子体发射光谱法半定量分析结果,选择灵敏度高、干扰少、背景等效浓度(BEC)低的发射谱线作为分析线。空白试液经 12 次测定,根据 IUPAC 的定义 $C_L = 3 S_b / S$ 计算检测限和测定下限,结果见表 1。

表 1 分析元素的检测限和测定下限

元素	分析线 λ / nm	检测限 $\rho / (\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	测定下限 $\rho / (\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$
Fe	239.6	4.1	20.6
Zn	206.2	14.2	71.0
Cu	324.7	1.0	5.1
Mn	257.6	0.4	2.3
Pb	220.4	19.3	96.5
Cd	228.8	3.5	17.3
As	189.0	90.0	450.0
Ca	422.7	11.0	55.0
Cr	267.7	2.0	10.2
Al	396.2	10.2	51.0

2.2 精密度

取广州某工厂的工业废水分成 6 份进行平行试验,结果见表 2。

从表 2 可见,相对标准偏差可以控制在 5% 以下。

2.3 加标回收试验

在最佳测定条件下,用国家标准物质中心基准标样配制标准校正溶液,加入广州东濠涌的河涌水作加标回收试验,结果见表 3。从表 3 结果可见,

加标回收率在 93% ~ 101% 之间,回收效果良好。

表 2 实际样品的精密度($n = 6$)

项目	测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	相对标准差 / %
Fe	0.998	0.3
Zn	0.760	0.5
Cu	0.943	1.5
Mn	0.760	0.5
Pb	0.045	3.2
Cd	0.013	3.9
As	0.026	2.7
Ca	18.42	0.5
Cr	0.037	3.3
Al	1.20	0.2

表 3 样品的加标回收率

测定元素	Fe	Zn	Cu	Mn	Pb	Cd	As	Cr
加入量 m / mg	0.200	0.200	0.200	0.200	0.200	0.200	0.200	0.200
测得量 m / mg	0.199	0.196	0.202	0.201	0.187	0.188	0.197	0.189
回收率 / %	99.5	98.0	101	100	93.5	94.0	98.5	94.5

2.4 基体效应

自然界的水体和某些工业废水中存在着较多的钠、磷等元素,对所测元素产生一定的基体效应。基体的抑制作用一方面表现在增大分析溶液的粘度,降低了传输速度,从而降低了分析信号;另一方面可能是阻挡效应,降低了激发几率。这些干扰因素都同时存在,为消除干扰,第一,标准溶液和样品溶液需进行基体匹配,然后再进行样品分析;第二,利用软件自身和背景功能可减少受干扰的程度;第三,对样品进行加标回收。

3 结语

采用高频电感耦合等离子体发射光谱法同时测定生活污水、工业废水中的多种元素具有速度快、灵敏度高、线性范围宽、检测限低、精密度和准确度好等特点,能满足环境监测的测定需要。

[参考文献]

- [1] MXXFIELD R MINDAK. EPA Method Study 27, Method 200.7 (Trace Metals by ICP) EPA-600/S-85/05 [S]. USA: National Technical Information Serv Springfield, Va, 1985.
- [2] 何以侃,董慧茹. 分析化学手册·光谱分析[M]. 第 2 版,北京:化学工业出版社,1998.
- [3] HIROKAWA, NANIKI. J Kimura[J]. Bunseki kagaku, 1986, 35 (8): 791.