

火焰原子吸收法测定饮用水中银的改进

潘 玲, 赵玉祥, 刘玉兰

(铜山县环境监测站, 江苏 徐州 221116)

摘 要:对火焰原子吸收分光光度法测定饮用水中银的方法作了改进。试验发现在酸性条件下,不利于银的测定,改加氨水-氰化钾溶液则取得满意的结果,提高了测定灵敏度。银的特征质量浓度为 $0.016 \text{ mg L}^{-1}/1\%$ 吸收,检测限为 0.001 mg/L ,相对标准差 $< 2.5\%$,加标回收率在 $98\% \sim 103\%$ 之间。

关键词:银;火焰原子吸收分光光度法;饮用水

中图分类号:O657.31

文献标识码:B

文章编号:1006-2009(2004)05-0031-02

Improvement of Determination Method of Ag in Water with Flame AAS

PAN Ling, ZHAO Yu-Xiang, LIU Wen-lan

(Tongshan Environmental Monitoring Station, Xuzhou, Jiangsu 221116, China)

Abstract: To improve the determination method Ag in water with flame AAS. Under acid condition, it is not good for determination. To add aqua ammonia and potassium cyanide, the detection sensitivity increase. The characteristic mass concentration of Ag was $0.016 \text{ mg L}^{-1}/1\%$, detection limit was 0.001 mg/L , relative standard deviation was less 2.5% , sample recovery rate was between 98% and 103% .

Key words: Ag; Flame AAS; Drink water

生活饮用水和饮用天然矿泉水中银的测定,大都采用石墨炉原子吸收光谱法,也有用 $3,5\text{-Br}_2\text{-PADAP}$ 比色法和双硫脲-MIBK 萃取-火焰原子吸收法^[1]。这些测定方法都具有很高的灵敏度,但它们当中有的所用仪器设备较为复杂,有的操作技巧要求较高且过程繁琐。今在文献[1]火焰原子吸收分析法的基础上,作了进一步改进,取得了较好的效果,可满足饮用水中银的测定。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

原子吸收光谱仪和银空心阴极灯。
 100.0 mg/L 银标准溶液; (氨水) = 0.88 g/mL ;
 100 g/L 氰化钾溶液。

1.2 仪器工作条件

波长 328.1 nm ; 光谱通带 0.4 nm ; 灯电流 2 mA ; 测量高度 5 mm ; 空气 5.0 L/min ; 乙炔 0.8 L/min ; 氧化型焰。

1.3 标准曲线绘制

在 7 个 100 mL 容量瓶中分别加入 100.0 mg/L 银标准溶液 0.0 mL 、 0.05 mL 、 0.10 mL 、 0.30 mL 、 0.50 mL 、 0.70 mL 和 1.00 mL ,加水 50 mL 、氨水 0.5 mL 、 100 g/L 氰化钾溶液 0.5 mL ,定容至刻度,混匀。按原子吸收光谱仪工作条件测量吸光值,绘制校准曲线并计算回归方程 $y = 0.0004 + 0.2766x$, $r = 0.9998$ 。

1.4 水样测定

取水样 100 mL ,加氨水 0.5 mL 、 100.0 mg/L 氰化钾溶液 0.5 mL (如水样呈强酸性,应先滴加氨水至中性或弱碱性后再加氨水和氰化钾溶液)混匀,进行测定。

收稿日期:2003-08-25;修订日期:2004-06-29

作者简介:潘玲(1952—),女,江苏徐州人,工程师,从事环境监测工作。

2 结果与讨论

2.1 溶剂的选择

由于银能吸附于容器壁和形成氯化银沉淀,所以在纯水和在 (HCl) = 0.2% 盐酸溶液中测定银,灵敏度均较低,且随放置时间的延长而逐渐下降;在碘化氰溶液或在氨-氰化钾溶液中测定银的灵敏度较高且稳定。

在水样和分别含有 (HCl) = 0.2%、(HNO₃) = 0.15%、(H₂SO₄) = 0.2% 和 (HClO₄) = 0.2% 的水样中加标,测得的回收率均较低。可见在水样中加硝酸酸化,并使用硝酸、硫酸、过氧化氢和高氯酸消解样品均不适合银的测定,然而当在其中加入碘化氰或氨-氰化钾时,由于银与氨、氰化物生成银氨、银氰络离子,避免了银的沉淀,从而保证了样品加标回收率在 100% 左右。

加标水样中加了碘化氰可保存数月,一年后加标回收率降至 40% 左右;含氨-氰化钾的加标水样,放置一年后银浓度基本未变。碘化氰溶液的配制较复杂,放置后会出现絮状沉淀。氨水和氰化钾溶液配制方便,且可长期使用,只是毒性太大,是其最大缺点。

2.2 仪器条件的选择

选用 L₉(3⁴) 正交表对光谱通带、灯电流、测量高度和乙炔流量 4 种因素,每种因素 3 个水平,进行正交试验。发现这 4 种因素对测定灵敏度的影响程度依次为:灯电流 > 测量高度 > 光谱通带 > 乙炔流量。在光谱通带 0.2 nm、灯电流 2 mA、测量高度 5 mm、乙炔流量 1.0 L/min 时,测定灵敏度最高。

为了增加光强、降低增益,以提高信噪比和降低检测限,则改用光谱通带 0.4 nm、乙炔流量 0.8 L/min,灯电流和测量高度不变,在此条件下,测定灵敏度约降低 20%,但仍比厂家提供的灵敏度高出 3 倍。

2.3 特征浓度、检测限

在实验条件下,测定的特征质量浓度 0.016 mg/L,检测限 0.001 mg/L,可满足生活饮用水和饮用天然矿泉水中测定银的要求。

2.4 干扰试验

在 0.50 mg/L 银合成水样中,含有下列各种物质(mg/L) 不干扰银的测定:钙 300、镁 60、铁 3、锰 1、铜 5、锌 5、砷 1、汞 0.5、镉 1、铅 1、钾 56、钠 650、锶 5、阴离子合成洗涤剂 0.5、硝酸盐氮 20、亚硝酸盐氮 1、氟化物 20、氯化物 1 000、碘化物 5、硫化物 1 000、重铬酸盐 73、铬酸盐 30、碳酸盐 1 000、磷酸盐 1 000、硫代硫酸盐 112、硫酸盐 985。

2.5 精密度和回收率

随机抽取日常检测的生活饮用水样 15 份,分为 3 组,分别加入相当于测定上限 0.1、0.5 和 0.9 倍的银,在不同时间里作 6 次测定,相对标准差 < 2.5%,加标回收率在 98% ~ 103% 之间。

[参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《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 4 版,北京:中国环境科学出版社,2002. 286 ~ 290.

本栏目责任编辑 李延嗣

简讯

黑龙江省财政厅下达环境监测设备专项补助资金

近日,黑龙江省财政厅为进一步加强黑龙江省各地市县环境监测能力建设,下发了《省财政厅关于下达环境监测设备专项补助资金的通知》(黑财指建[2004]29号)文件,下拨资金 1 500 万元专项用于环境监测站建设达标的主要设备购置。此次下达环境监测设备专项补助资金是省委省政府重视环境保护工作、重视环境监测站能力建设的重大举措,届时,黑龙江省各县以上环境监测站的监测能力将会有较大规模的提升。

沈阳市环境监测中心站对大型公共场所室内环境进行监督监测

从 2004 年 6 月 1 日起,由沈阳市环境监测中心站负责对沈阳市辖区范围内人口流动量较大或停留时间较长的大型公共场所室内环境进行监督监测,并定期在媒体上公开发布大型公共场所室内环境状况公报,确保大型室内公共场所的环境安全。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2004 年第 6 期