

原子荧光光谱法测定水中低含量锡

李 飞

(南通市环境监测站, 江苏 通州 226300)

摘 要: 采用原子荧光光谱法测定水中锡, 结果表明, 方法检测限为 $0.14 \mu\text{g/L}$, 在 $0.0 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$ 范围内线性良好。不同浓度标准溶液测定的相对误差 $\leq 2.0\%$, 实际样品测定的加标回收率在 $90.0\% \sim 109\%$ 之间, 相对标准差 $\leq 6.1\%$, 准确度和精密度均较好。

关键词: 原子荧光光谱法; 锡; 水

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2005)04-0028-01

To Detect Low Concentration Tin in Water by Atomic Fluorescence Spectrometry

LI Fei

(Tongzhou Environmental Monitoring Station, Tongzhou, Jiangsu 226300, China)

Abstract To detect low concentration Tin in water by atomic fluorescence spectrometry. Detection limit is $0.14 \mu\text{g/L}$, within $0.0 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$ its linear was good. Relative error for different concentration standard solution was less 2.0% , sample recovery rate was between $90.0\% \sim 109\%$. Relative standard deviation was less 6.1% .

Key words Atomic fluorescence spectrometry; Tin; Water

锡能与有机物形成极毒的有机锡化合物, 严重危害人体健康。因此, 环境水体中锡的监测不容忽视。水样中锡的测定, 目前尚无统一标准方法, 今在文献[1, 2]的基础上, 试验了原子荧光光谱法测定水中锡, 取得了满意的结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

AFS-2202a 双道原子荧光光度计, 配有计算机数据处理系统, 北京万拓仪器有限公司; 锡空心阴极灯。锡标准贮备液: 称取高纯锡 0.1000g 置于 300mL 烧杯中, 加 6mol/L 盐酸 100mL , 在水浴上加热溶解, 冷却, 移入 1000mL 容量瓶中 (预先盛有 6mol/L 盐酸 300mL), 以水稀释至刻度, 摇匀, 加锡粒保存; 锡标准溶液: 使用时, 将锡标准贮备液逐级稀释为 1.0mg/L 锡标准溶液 (保持盐酸浓度为 1.5mol/L); 20g/L 硼氢化钾 - 5g/L 氢氧化钾溶液, 现用现配; 试验用水均为去离子水, 酸为

优级纯。

1.2 试验方法

1.2.1 工作曲线绘制

移取 1.0mg/L 锡标准溶液 0.00mL , 0.25mL , 0.50mL , 1.50mL , 2.50mL , 3.50mL 和 5.00mL 分别置于 7 个 50mL 容量瓶中 (先加入适量水和 2.5mL 盐酸), 加入硫脲、抗坏血酸各 0.5g 用水稀释至刻度, 溶解后摇匀。放置 15min 后, 测定其荧光强度, 绘制工作曲线, 在 $0.0 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$ 范围内呈良好线性关系, 相关系数 > 0.999 。

1.2.2 样品测定

移取 50.0mL 水样于 150mL 锥形瓶中, 加入数粒玻璃珠, 沿瓶壁加入新配制的 $\text{HNO}_3 + \text{KCD}_4$

(下转第 47 页)

收稿日期: 2004-12-24; 修订日期: 2005-04-18

作者简介: 李 飞 (1969-), 女, 江苏睢宁人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

6xx/x-xx-xxx 中的测试方法可从 <http://www.epa.gov/clarion/chtml/pubtitleOED.html> 处下载, 文件格式为文本扫描图像, 可选择打印页码范围。

4 EPA 测试方法的特点

(1) 测试方法系列全、更新快。如 VOC 测定方法有 52 个, 发布日期为 1986 年—2002 年, 涉及各个领域, 包括室内空气、空气、水、土壤、土壤—气体等。

(2) 测试方法网上电子版本可以下载, 方便用户。

(3) 《EPA 测试方法索引》可以根据方法编号

查, 也可以根据化学品或方法描述查。方法索引共有 7 个字段: 方法编号、化学品或方法描述、EPA—报告、40—CFR—部分、图书馆藏号、电子版本、发布日期。文献 [2] 可从 <http://www.epa.gov/region/oam/test.html> 处下载。

[参考文献]

- [1] H J/T 91-2002 地表水和污水监测技术规范 [S].
[2] NELSON P. Index to EPA Test Methods [M]. Boston US EPA New England Region Library, 2003

本栏目责任编辑 姚朝英

(上接第 28 页)

(等量混合) 5 mL, 摇匀, 放置过夜。次日于电热板上消化至冒白烟, 取下, 冷却, 用水洗瓶壁, 继续加热至冒白烟, 反复两次 (不能蒸干), 冷却后转移至 50 mL 容量瓶中, 以下步骤同工作曲线绘制。同时测定两份全程序空白样。

1.3 仪器工作条件

负高压 300 V, 灯电流 80 mA, 原子化温度 850 °C, 原子化器高度 8 mm, 载气 (Ar) 400 mL/min, 屏蔽气 (Ar) 1 000 mL/min, 读数时间 15 s, 延迟时间 4 s。

2 结果与讨论

2.1 检测限

以连续 11 次测量空白溶液荧光信号的 3 倍标准偏差计算, 检测限为 0.14 μg/L。

2.2 准确度

配制 4 种不同浓度的标准溶液进行测定, 结果见表 1。

表 1 标准溶液测定结果 (n=4)

标液质量浓度 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	测定均值 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	相对误差 /%
0.300	0.299	-0.3
0.500	0.501	0.2
5.00	5.10	2.0
10.0	9.90	-1.0

从表 1 可见, 测定值与标准溶液配制值间的相对误差 $\leq 2.0\%$, 表明该方法准确性好。

2.3 实际样品测定

取过滤后的涂料废水样品 50 mL 进行测定, 结果见表 2。

表 2 涂料废水样品测定结果 (n=4)

样品	测定均值 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	RSD /%	加标量 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	回收量 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	回收率 /%
1	0.279	1.5	0.300	0.285	95.0
2	0.313	6.1	0.300	0.276	92.0
3	0.672	0.9	1.00	0.900	90.0
4	2.22	3.5	3.00	3.27	109

从表 2 可见, 实际样品测定结果的相对标准差 $\leq 6.1\%$, 精密度较好, 加标回收率在 90.0% ~ 109% 之间, 均符合江苏省水质监测技术规范规定的关于废水监测的质量要求。

[参考文献]

- [1] GB/T 5009.16-1996 食品中锡的测定 原子荧光光谱法 [S].
[2] 王升章, 郭小伟. 氢化物—无色散原子荧光法测定地质样品中微量锡 [J]. 理化检验—化学分册, 1984, 20(5): 15-16