

火焰、石墨炉原子吸收法测定地表水中铜和镉

顾咏红

(苏州新区环境监测站, 江苏 苏州 215011)

摘要: 对浓缩火焰原子吸收法和石墨炉原子吸收法测定地表水中痕量铜和镉的结果作了比较。试验结果表明, 两种方法测定结果间无明显差异, 加标回收率为 88.7% ~ 103%, 可互相替代, 等效使用。

关键词: 火焰原子吸收法; 浓缩; 石墨炉原子吸收法; 铜; 镉; 地表水

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2005)05-0031-02

To Detect Cu and Cd in Surface Water with Flame AAS and Graphite Furnace AAS

GU Yong-hong

(Suzhou New Zone Environmental Monitoring Station, Suzhou, Jiangsu 215011, China)

Abstract To detect trace Cu and Cd in surface water with concentrated flame AAS and graphite furnace AAS. There had no obvious difference between these two method. sample recovery rate was 88.7% ~ 103%. These two method can be used as the same method.

Key words Flame AAS, Concentrated, Graphite furnace AAS, Cu, Cd, Surface water

水样中痕量金属元素有多种测定方法^[1-4]。经实践, 发现测定地表水中铜和镉时, 石墨炉原子吸收法和浓缩火焰原子吸收法可互相替代, 等效使用。石墨炉原子吸收法装置复杂, 仪器价格昂贵; 火焰原子吸收法操作简便, 易于掌握。

用 0.1 mol/L 硝酸逐级稀释 100.0 mg/L 铜、镉标准溶液 (国家标准物质研究中心), 配制混合标准使用溶液: A 液为铜 10.0 mg/L, 镉 1.0 mg/L, B 液为铜 1.0 mg/L, 镉 0.1 mg/L; 2 g/L 钽基体改进剂: 称取 0.1 g 海绵钽于 50 mL 容量瓶中, 加硝酸 1.5 mL, 加盖室温过夜 (不可加热), 用水稀释至刻度, 摇匀^[3]; 硝酸, 优级纯。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

AA 6800 型原子吸收光谱仪 (日本岛津), GFA 6500 型石墨炉; 平台石墨管; 铜、镉原子光谱灯。

1.2 仪器工作参数

火焰原子吸收光谱仪工作参数见表 1, 石墨炉升温程序见表 2。

表 1 火焰原子吸收光谱仪工作参数

元素	波长 λ /nm	灯电流 I /mA	狭缝 $\Delta\lambda$ /nm	火焰高度 h /mm	空气流量 q_a /(L·min ⁻¹)	乙炔流量 q_e /(L·min ⁻¹)
Cu	324.8	5.0	0.2	7	8.0	1.8
Cd	228.8	6.0	0.5	7	8.0	1.8

表 2 石墨炉升温程序

元素	干燥温度 θ /°C	干燥时间 t /s	灰化温度 θ /°C	灰化时间 t /s	原子化温度 θ /°C	原子化时间 t /s	清除温度 θ /°C	清除时间 t /s
Cu	110	30	800	20	2300	2	2500	2
Cd	110	30	700	20	2000	2	2500	2

1.3 试验方法

1.3.1 浓缩火焰原子吸收法

收稿日期: 2004-12-30; 修订日期: 2005-06-27

作者简介: 顾咏红 (1974-), 女, 江苏苏州人, 工程师, 学士, 从事环境监测与质量管理工作。

将 200 mL 地表水样 (含 0.02 mol/L HNO_3) 过滤到 200 mL 高型烧杯中, 在电热板上低温蒸发浓缩至 5 mL, 取下冷却, 移入 10 mL 比色管内, 用水洗烧杯壁两次, 稀释至刻度, 摇匀。同时取 200 mL 去离子水 (含 0.02 mol/L HNO_3) 同步浓缩、定容, 做空白试验, 按表 1 工作条件测定。

1.3.2 石墨炉原子吸收法

将地表水样 (含 0.02 mol/L HNO_3) 移入小型塑料杯中, 置于自动进样盘内, 由自动进样器自动吸取 20 μL 样品和 8 μL 钼基体改进剂, 一起注入平台石墨管, 按石墨炉升温程序测定。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线

2.1.1 浓缩火焰原子吸收法

分别量取地表水样 (含 0.02 mol/L HNO_3) 200 mL 于 6 只 200 mL 高型烧杯中, 依次加入铜、镉混合标准使用 A 液 0.0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL 和 0.50 mL, 按试验方法低温浓缩并定容至 10.0 mL 测定。此标准工作曲线范围为铜 $0.0 \text{ mg/L} \sim 0.500 \text{ mg/L}$, 镉 $0.0 \text{ mg/L} \sim 0.050 \text{ mg/L}$ 。曲线回归方程为: $A_{\text{Cu}} = 0.1265 C + 0.0005$, $r_{\text{Cu}} = 0.9999$; $A_{\text{Cd}} = 0.2250 C + 0.0012$,

$r_{\text{Cd}} = 0.9993$ 均呈良好线性关系。

2.1.2 石墨炉原子吸收法

取 100 mL 容量瓶 4 只, 加入适量水和 0.1 mL 硝酸, 再依次加入混合标准使用 B 液 0.0 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 3.00 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准系列为铜 $0.0 \mu\text{g/L} \sim 30.0 \mu\text{g/L}$, 镉 $0.0 \mu\text{g/L} \sim 3.00 \mu\text{g/L}$ 。曲线回归方程为: $A_{\text{Cu}} = 0.000689 C^2 + 0.04799 C$, $r_{\text{Cu}} = 0.9991$; $A_{\text{Cd}} = 0.005157 C^2 + 0.149979 C$, $r_{\text{Cd}} = 1.0000$ 线性均良好。

2.2 干扰消除

文献 [2] 应用浓缩火焰原子吸收法时, 用水样标准加入法可有效地消除基体对铜、镉测定的干扰; 文献 [3, 4] 对于石墨炉原子吸收法的基体干扰, 采用加入钼基体改进剂的方法亦是可行的。两种方法中产生的背景干扰, 均用氘灯加以校正。

2.3 测定结果比较

采用浓缩火焰原子吸收法和石墨炉原子吸收法分别测定河水、湖水、运河水和自来水等 4 种水样中的铜和镉, 结果无明显差异, 加标回收率为 $88\% \sim 103\%$ 。表明对于测定地表水中的铜和镉, 两种方法可视为等效。测定结果见表 3。

表 3 两种方法测定地表水中铜和镉的结果比较

样品	浓缩火焰原子吸收法				石墨炉原子吸收法			
	测定均值 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$		加标回收率 /%		测定均值 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$		加标回收率 /%	
	Cu	Cd	Cu	Cd	Cu	Cd	Cu	Cd
河水	2.68	0.084	93.8	91.5	2.41	0.076	90.5	88.7
湖水	3.41	0.141	95.2	103	3.11	0.132	91.3	93.7
运河水	3.87	0.152	97.6	96.4	4.01	0.141	95.7	89.6
自来水	4.92	0.181	101	95.4	4.52	0.169	103	95.4

2.4 建议

对于环境水样中痕量金属元素的测定, 最好先用石墨炉原子吸收法测定足够多的样品, 汇集足够多的数据, 然后根据这些数据, 选择适当的条件改用火焰原子吸收法测定, 当水样出现异常值时, 再用石墨炉原子吸收法对照测定。如此, 既可得到准确可靠的测定结果, 又可省工省时。

[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]. 第四版, 北京: 中国环境科学出版

社, 2002: 291-298, 324-340.

[2] 郑翠玲, 黄树良, 吴小六, 等. 加热浓缩-火焰原子吸收法测定水中铜铅镉 [J]. 理化检验-化学分册, 1998, 34(7): 325-326.

[3] 吴华, 吴福全, 李绍南. 纵向塞曼恒温平台石墨炉原子吸收连续测定环境中痕量元素镉、砷、铜、铅 [J]. 中国环境科学, 1988, 18(4): 374-377.

[4] MANNING D C, SLAVIN W. The determination of trace elements in natural water using the stabilized temperature platform furnace [J]. Applied Spectroscopy 1983, 37(1): 1-10.

本栏目责任编辑 姚朝英