

火焰原子吸收光谱法测定水中银

杜青, 姚朝英

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

摘要: 采用硝酸消解样品, 氘灯背景校正技术消除非特征吸收和光散射影响, 火焰原子吸收光谱法测定水中银, 方法简便可靠, 检出限为 0.010 mg/L, RSD 为 0.9% ~ 6.6%, 加标回收率为 93.0% ~ 101%。

关键词: 火焰原子吸收光谱法; 银; 水质

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2006)04-0021-02

Determination of Silver in the Water by the Method of Flame Atomic Absorption Spectra

DU Qing YAO Chao-ying

(Nanjing Center Station of Environmental Monitoring, Nanjing, Jiangsu 210013, China)

Abstract This article discussed how to determine the Silver in the water by the method of flame atomic absorption spectra with dispelling the sample used the nitric acid. The result showed this method was simple and credible for practice. The lowest limits was 0.010 mg/L, RSD was from 0.9% to 6.6%, and the adding-sign returns-ratio was from 93.0% to 101%.

Key words Flame atomic absorption spectra; Silver; Water quality

银是贵重金属, 广泛应用于冶炼、电镀和影印等行业, 可通过呼吸、消化器官和皮肤进入人体, 对健康产生危害^[1]。银易于原子化, 目前常采用原子吸收法和分光光度法测定^[2,3], 分光光度法操作繁琐, 试剂用量大, 干扰因素多。今采用硝酸消解样品^[4], 氘灯背景校正技术消除非特征吸收和光散射影响^[5], 火焰原子吸收光谱法测定水中银, 试剂耗量少, 污染小, 操作简单, 与 HNO₃-HClO₄^[6]和 HNO₃-H₂SO₄-H₂O₂-HClO₄^[2]消解体系比较, 测定结果无显著差异, 精密度与准确度均符合要求。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

SpectrAA 55B 型火焰原子吸收光谱仪, 美国 Varian 公司; 银空心阴极灯, 上海电光器件有限公司。1 000 mg/L 银标准储备液: 称取硝酸银 0.1575 g 溶于适量水中, 加 2 mL 50% 硝酸溶液, 定容至 100 mL 棕色容量瓶中; 硝酸, 优级纯; 硝酸

银, 基准试剂。

1.2 仪器工作条件

火焰原子吸收光谱仪工作条件见表 1。

表 1 火焰原子吸收光谱仪工作条件

元素	银
波长 λ /nm	328.1
光谱通带 $\Delta\lambda$ /nm	0.5
灯电流 /mA	4.0
空气流量 q_V /(L·min ⁻¹)	10.0
乙炔流量 q_V /(L·min ⁻¹)	2.5
燃烧器高度 h /mm	7.5
背景校正技术	氘灯

1.3 样品前处理

取 100 mL 混合均匀的水样于烧杯中, 加 3 mL 硝酸, 盖上表面皿, 在电热板上加热至 90 °C ~

收稿日期: 2006-02-20 修订日期: 2006-06-28

作者简介: 杜青(1966-), 女, 江苏南京人, 工程师, 大专, 从事环境监测工作。

95 ℃。对于地表水和地下水样品, 加热至试样剩 15 mL~ 20 mL, 取下冷却, 用水洗涤表面皿和烧杯壁, 转移至 100 mL 棕色容量瓶中, 加水定容; 对于废水样品, 加热至近干, 取下放冷, 再加入 3 mL 硝酸, 加盖于 95 ℃加热回流, 必要时继续加硝酸, 直至消解完全(消解液透亮, 回流颜色不再发生变化), 继续加热至近干, 用热 1% 硝酸溶液洗涤表面皿和烧杯壁, 溶解沉淀和残渣, 转移至 100 mL 棕色容量瓶中, 用 1% 硝酸溶液定容。

2 结果与讨论

2.1 消解体系选择

分别用 HNO_3 、 $\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$ 和 $\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{SO}_4 - \text{H}_2\text{O}_2 - \text{HClO}_4$ 体系消解样品, 经 t 检验, 测定结果无显著差异 ($t < t_{0.05(6)}$), 结果见表 2。

表 2 不同消解体系测定结果 ($n=4$)

消解体系	HNO_3	$\text{HNO}_3 - \text{HClO}_4$	$\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{SO}_4 - \text{H}_2\text{O}_2 - \text{HClO}_4$
样品测定值	0.428	0.415	0.414
$\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$			
标准偏差	0.008 1	0.009 0	0.009 5
$s/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$			

2.2 干扰与消除

在 1.00 mg/L 银标准溶液中加入 8 g/L Fe, 1 g/L Cu, 3 g/L Zn 和 K, 4 g/L Na, 6 g/L Ca 和 Mg, 3 g/L SO_4^{2-} , 7 g/L PO_4^{3-} 、 Cl^- 和 NO_3^- , 用该方法测定, 结果无显著差异。大量的 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 CN^- 、 Br^- 和 S^{2-} 经消解均已被分解, 从而消除了干扰^[6]。非特征吸收和光散射用氘灯背景校正技术扣除。

2.3 校准曲线与检出限

用 1% 硝酸溶液将银标准储备液逐级稀释成 0 mg/L~ 1.00 mg/L 标准溶液系列, 测量吸光度, 得校准曲线为 $y = 0.151x + 0.0012$ 相关系数 $r = 0.9999$ 。

配制 20 个空白溶液, 测量吸光度, 按 3 倍标准

偏差计算方法检出限为 0.010 mg/L。

2.4 精密度与准确度

测定两种银标准物质 GSBZ 50038 - 95 2000102 和 204103 标准值分别为 $(0.310 \pm 0.019) \text{mg/L}$ 和 $(1.02 \pm 0.05) \text{mg/L}$, 测定值分别为 0.305 mg/L 和 1.01 mg/L。对有色金属、电镀等行业废水进行精密度与加标回收试验, 结果见表 3。

表 3 精密度与加标回收试验结果

样品	测定值 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	加标量 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	回收率 %	RSD %
1	0.428	0.200	100	1.5
2	0.428	0.500	94.3	1.5
3	0.486	0.500	101	0.9
4	0.098	0.200	93.0	6.4
5	0.019	0.500	96.4	6.6

3 结语

采用硝酸消解、火焰原子吸收光谱法测定水中银, 操作简便安全, 干扰少, 精密度与准确度均满足要求。对于盐度较高、基体较复杂的样品, 建议采用标准加入法测定。

[参考文献]

- [1] 《工业毒理学》编写组. 工业毒理学 [M]. 上海: 上海人民出版社, 1976.
- [2] 国家环境保护局. GB 11907-89 水质 银的测定 火焰原子吸收分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1990.
- [3] 潘玲, 赵玉祥, 刘文兰. 火焰原子吸收法测定饮用水中银的改进 [J]. 环境监测管理与技术, 2004, 16(5): 31-32.
- [4] EPA 7760A, Silver (Atomic absorption direct aspiration) [S].
- [5] 魏复盛, 齐文启. 原子吸收光谱及其在环境分析中的应用 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1988.
- [6] 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]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002.

• 简讯 •

我国首次发布生态工业园区标准

从 2006 年 9 月 1 日起, 我国生态工业园区将依照 3 项标准进行建设、管理和验收。这 3 项标准是《综合类生态工业园区标准(试行)》《行业类生态工业园区标准(试行)》和《静脉产业类生态工业园区标准(试行)》。《综合类生态工业园区标准(试行)》规定了国家级和省级综合类生态工业园区验收的基本条件和指标, 共 21 个指标; 《行业类生态工业园区标准(试行)》规定了行业类生态工业园区验收的基本条件和指标, 共 19 个指标; 《静脉产业类生态工业园区标准(试行)》规定了静脉产业类生态工业园区验收的基本条件和指标, 共 20 个指标。

摘自 www. zhb.gov.cn 2006 年 8 月 8 日