

· 工作经验 ·

两种原子吸收法测定环境水样中镍的比较

陆文娟¹, 叶国英²

(1. 苏州高新区环保局, 江苏 苏州 215011; 2. 江苏省环境监测中心, 江苏 南京 210036)

摘要: 用加热浓缩-火焰原子吸收光谱法和石墨炉-原子吸收光谱法对环境水样中的镍进行了比较测定, 结果表明, 两种方法测定镍的各项指标均在要求范围, 两种方法测定结果的相对误差均 < 7. 1%, 表明两种方法可以视为等效方法, 作用可以相互替补使用。

关键词: 加热浓缩-火焰原子吸收法; 石墨炉-原子吸收法; 镍; 水样

中图分类号: O 657. 31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2007)02-0054-02

Comparison of Nickel Determination in Environmental Water Samples by Flame AA and Graphite Furnace AA

LU Wen-juan¹, YE Guo-ying²

(1. Suzhou New District Environmental Protection Bureau, Suzhou, Jiangsu 215011, China; 2. Jiangsu Province Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210036, China)

Abstract The nickel was determined in environmental water samples by heating concentration-flame atomic absorption spectrometry (HC-FAAS) and graphite furnace-atomic absorption spectrometry (GF-AAS). The comparison result indicated that the two detection values were identical so that the two methods can be replaced each other in nickel determination for environmental water quality monitoring.

Key words HC-FAAS; GF-AAS; Nickel; Water samples

对环境水样中镍的测定, 通常用石墨炉-原子吸收光谱法^[1-3], 有机萃取^[4]或共沉淀^[5]富集-火焰原子吸收光谱法, 以及加热浓缩^[6]火焰原子吸收光谱法。现在前人^[7]启示下, 将加热浓缩-火焰原子吸收光谱法 (HC-FAAS) 和石墨炉-原子吸收光谱法 (GF-AAS) 作了比较测定, 结果表明, 两种方法测定环境水样中的镍时, 结果基本一致, 但 HC-FAAS 法更为简便快速、经济实用。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

AA 6800 型火焰-石墨炉并联原子吸收光谱仪; ASC-6100 型自动进样器, 镀层石墨管; 镍空心阴极灯 (日本岛津公司); 100 mg/L 镍标准使用溶液 (国家环保总局标样研究所); 2 g/L 钯基体改进剂溶液; 硝酸 (优级纯)。

1.2 仪器工作条件

镍的 HC-FAAS 和 GF-AAS 两种方法共用的仪器工作条件为: 波长 232.0 nm, 灯电流 7.5 mA, 光谱带宽 0.2 nm, 背景校正 D₂ 灯。

镍的 HC-FAAS 法火焰工作条件为: 燃烧器高度 5.0 mm, 空气流量 8.0 L/min, 乙炔流量 1.6 L/min。

镍的石墨炉升温程序: 干燥温度 120 °C ~ 150 °C, 干燥时间 10 s ~ 20 s; 灰化温度 850 °C, 灰化时间 30 s; 原子化温度 2400 °C, 原子化时间 3 s; 清除温度 2500 °C, 清除时间 3 s; Ar 气流量 1.0 L/min。

1.3 试验方法

1.3.1 GF-AAS 法

将已酸化的环境水样 (含 0.05% HNO₃) 和用

收稿日期: 2005-03-14 修订日期: 2007-01-13

作者简介: 陆文娟 (1971-), 女, 江苏苏州人, 工学学士, 工程师, 从事环境监测工作。

0.05% HNO₃ 溶液制备的镍标准系列溶液 0.0 μg/L ~ 30 μg/L 分别置于自动进样器样品盘中, 自动进样器依次吸取钼基体改进剂溶液 5 μL, 标准系列溶液或水样 20 μL, 按设定的仪器工作条件进行镍的测定。

1.3.2 HC-FAAS 法

准确吸取已酸化的水样 (含 0.05% HNO₃) 200 mL 于 250 mL 高型烧杯中, 置于电热板上低温蒸发至 3 mL ~ 4 mL, 移入 10 mL 比色管中, 洗烧杯 2 次, 用水稀释至刻度, 摇匀, 在计算机内输入浓缩倍数 20 与用 1% HNO₃ 配制的镍标准溶液 0.0 μg/L ~ 500 μg/L 一起测定。

2 结果与讨论

2.1 酸及酸度影响

水样用 HNO₃ 酸化, 酸度在 1.5% 以内, 对两种方法测定镍无明显影响。为减少酸对石墨管腐蚀, GF-AAS 法用最低酸度 0.05%。HC-FAAS 法需将此水样浓缩 20 倍, 其测定酸度为 1%。

2.2 干扰试验

应用该试验比较的两种方法测定环境水样中

镍均存在一定的背景吸收, 测定时用 D₂ 灯校正。用 HC-FAAS 法测定 5 mg/L 镍时, 100 mg/L 的 SO₄²⁻、PO₄³⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、Cu²⁺、Mn²⁺、Fe²⁺、K⁺ 和 Zn²⁺ 均无明显干扰。但 GF-AAS 法的测定干扰较为严重, 通过加入钼使水样中镍的灰化温度提高至 800 °C 以上, 可将干扰基体排尽。

2.3 标准曲线

镍的标准曲线, HC-FAAS 法为 0.0 μg/L ~ 500 μg/L; GF-AAS 法为 0.0 μg/L ~ 30 μg/L。曲线回归方程分别为: $Y_{HC} = 0.000142 \rho(Ni) + 0.00081$

$$Y_{GF} = 0.00996 \rho(Ni) + 0.00025$$

两者相关系数均 > 0.999

2.4 精密度与回收率

连续对各类水样中镍进行两次测定, 两种方法测定的相对标准偏差均 < 7.1%, 按水样中镍的质量加入相近量的标准溶液, 两种方法的回收率均在 90.0% ~ 108% 之间。

2.5 样品测定结果

应用 HC-FAAS 法和 GF-AAS 法分别测定地表水、饮用水、矿泉水和酸雨中的镍, 测定结果见表 1。

表 1 样品中镍的测定结果及回收率

样品	均值		相对标准偏差		标准加入量		测定总量		回收率		相对误差 /%
	$\rho(Ni) / (\mu g \cdot L^{-1})$		/%		$\rho(Ni) / (\mu g \cdot L^{-1})$		$\rho(Ni) / (\mu g \cdot L^{-1})$		/%		
	GF-AAS	HC-FAAS	GF-AAS	HC-FAAS	GF-AAS	HC-FAAS	GF-AAS	HC-FAAS	GF-AAS	HC-FAAS	
地表水	12.1	12.8	5.6	2.5	10.0	10.0	13.0	13.8	90.0	100	+5.8
饮用水	3.16	2.98	7.1	5.3	5.00	5.00	7.73	7.66	91.4	93.6	-5.7
矿泉水	5.32	5.66	4.7	5.9	5.00	5.00	10.7	10.4	108	94.8	+6.4
酸雨	7.99	7.35	3.6	2.8	5.00	5.00	12.7	12.0	94.2	93.0	-8.0

由表 1 看出, 两种方法测得镍的各项指标均在要求范围内, 测定结果的相对误差均 < 7.1%, 表明加热浓缩-火焰原子吸收光谱法与石墨炉-原子吸收光谱法可以视为等效方法, 两种方法的作用可以相互替补使用。

[参考文献]

[1] MANNING D C, SLAVIN W. The determination of trace elements in natural waters use the stabilized temperature platform furnace[J]. Applied Spectroscopy, 1986, 37(1): 1-10.
 [2] 吴华, 吴福全, 李绍南. 纵向塞曼恒温平台石墨炉原子吸收法连续测定环境水样中镉铜铅[J]. 中国环境科学, 1988, 18(4): 374-377.
 [3] 姚敏德, 陈小芒, 李绍南. 石墨炉原子吸收法在环境样品测

定中的应用[J]. 环境监测管理与技术, 2001, 13(5): 22-24.
 [4] 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: 326-329.
 [5] 王晓, 关淑霞. Zn-DDPIC 共沉淀预富集火焰原子吸收光谱法测定水中微量镍[J]. 理化检验-化学分册, 2004, 40(6): 347-348.
 [6] 郑翠玲, 黄树染, 吴小元, 等. 加热浓缩-火焰原子吸收法测定水铜铅镉[J]. 理化检验-化学分册, 1998, 34(7): 325-326.
 [7] BRZEZINSKA-PAUDYN A, LOON J V, HANCOOK R. Comparison of the determination of As in environmental samples by different analytical techniques[J]. Atomic Spectroscopy, 1986, 7(3): 72-75.