

# 石墨炉原子吸收分光光度法测定地表水中的锑

顾战平, 徐建平, 奚萍, 储燕萍, 夏琴  
(上海市浦东新区环境监测站, 上海 200135)

**摘要:** 采用石墨炉原子吸收分光光度法测定地表水中的锑, 优化了仪器测量参数, 讨论了干扰离子的干扰。方法在  $0 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$  范围内线性良好, 检出限为  $0.9 \mu\text{g/L}$ , 平行测定的 RSD 为  $1.3\% \sim 9.8\%$ , 加标回收率为  $97.9\% \sim 104\%$ , 标准样品的测定结果符合要求。

**关键词:** 锑; 石墨炉原子吸收分光光度法; 地表水

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2010)06-0064-02

## Determination of Antimony in Surface Water by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

GU Zhan-ping XU Jian-ping DING Xi-ping CHU Yan-ping XIA Qin  
(Pudong New Area Environmental Monitoring Station, Shanghai 200135, China)

**Abstract** A method was established for determination of Antimony in surface water by graphite furnace atomic absorption spectrometry. By optimizing instrument parameters and eliminating influence of interference ions, the results showed good linearity from  $0 \mu\text{g/L}$  to  $100 \mu\text{g/L}$ , detection limits  $0.9 \mu\text{g/L}$ , RSD by parallel between  $1.3\%$  and  $9.8\%$ , and spiked recoveries between  $97.9\%$  and  $104\%$ . Standard sample of test results met the analytical requirement.

**Key words** Antimony Graphite furnace atomic absorption spectrometry Surface water

锑 (Sb) 是一种典型的有毒有害重金属元素, 在自然界中主要以  $\text{Sb}^{3+}$ 、 $\text{Sb}^{5+}$  和  $\text{Sb}^{3-}$  形式存在。 $\text{Sb}^{3-}$  的氢化物毒性剧烈, 在自然界中不稳定, 易氧化分解为金属和水,  $\text{Sb}^{3+}$  和  $\text{Sb}^{5+}$  在弱酸性至中性介质中易水解沉淀。天然水中锑的质量浓度极低 (约  $0.2 \mu\text{g/L}$ ), 我国集中式生活饮用水地表水源地锑的标准限值<sup>[1]</sup>及生活饮用水卫生标准<sup>[2]</sup>均为  $0.005 \text{ mg/L}$ 。锑的测定通常采用分光光度法、火焰原子吸收分光光度法、电感耦合等离子体发射光谱法、氢化物发生-原子吸收分光光度法、原子荧光光谱法和电感耦合等离子质谱法等<sup>[3-4]</sup>, 其中前 3 种方法适用于废水监测, 后 3 种方法适用于地表水监测。今采用石墨炉原子吸收分光光度法测定地表水中的锑<sup>[5-7]</sup>, 方法灵敏、准确, 抗干扰能力强。

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

PE 800 型原子吸收分光光度计, 配塞曼背景校正装置, 美国 Perkin Elmer 股份有限公司; 锑无极放电灯。

1 000 mg/L 锑标准贮备液: 准确称取三氧化二锑 (光谱纯)  $0.2995 \text{ g}$  溶于  $50 \text{ mL}$  盐酸, 定量移入  $250 \text{ mL}$  容量瓶, 加水至标线, 摇匀, 临用前用  $0.2\%$  硝酸溶液稀释为  $100 \text{ mg/L}$  锑标准使用液, 再用  $0.2\%$  硝酸溶液稀释为  $10.0 \text{ mg/L}$  锑标准溶液; 基体改进剂<sup>[5]</sup>: 将  $300 \text{ mg}$  钼粉或  $650 \text{ mg}$  硝酸钼溶解于  $1 \text{ mL}$  硝酸和  $0.1 \text{ mL}$  盐酸,  $200 \text{ mg}$  硝酸镁溶解于水, 两种溶液混合后用水定容至  $100 \text{ mL}$ ; 硝酸, 盐酸, 优级纯; 试验用水为去离子水。

### 1.2 仪器测量参数

波长  $217.6 \text{ nm}$ ; 灯电流  $290 \text{ mA}$ ; 狭缝  $0.7 \text{ nm}$ 。

收稿日期: 2010-07-27; 修订日期: 2010-08-26

作者简介: 顾战平 (1966-), 女, 上海人, 工程师, 本科, 从事环境监测分析工作。

升温程序: 干燥温度 110 °C ~ 130 °C, 干燥时间 75 s, 灰化温度 1 200 °C<sup>[8]</sup>, 灰化时间 30 s, 原子化温度 1 900 °C, 原子化时间 5 s, 清除温度 2 450 °C, 清除时间 3 s

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器测量参数优化

考察了灰化温度和原子化温度对镉测定的影响, 结果表明, 当灰化温度选择 1 200 °C, 原子化温度选择 1 900 °C 时, 吸光值较大且稳定。灰化温度对吸光值的影响见图 1, 原子化温度对吸光值的影响见图 2。

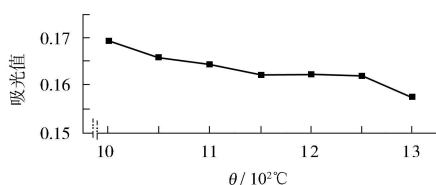


图 1 灰化温度对吸光值的影响

Fig 1 Effect of pyrolysis temperature on absorbance

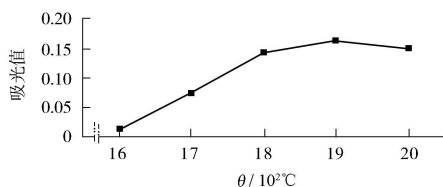


图 2 原子化温度对吸光值的影响

Fig 2 Effect of atomization temperatures on absorbance

### 2.2 基体改进剂加入体积

以 100 μg/L 镉标准溶液为试验对象, 在上述条件下, 考察了不同体积基体改进剂对测定的影响, 结果表明, 加入 2 μL 时峰形正常, 效果较好。基体改进剂加入体积对测定的影响见表 1。

表 1 基体改进剂加入体积对测定的影响

Table 1 Effect of modifier volume on detective results

基体改进剂体积 V/μL	1	2	3	4
吸光值	0.165 5	0.155 1	0.150 0	0.135 6
峰形	正常	正常	有点拖尾	拖尾
测定值 ρ/(μg·L <sup>-1</sup> )	112	105	101	91.5

### 2.3 干扰试验

根据文献 [5], 硫酸盐对镉的测定有影响, 金

属对测定没有影响。以 100 μg/L 镉标准溶液为对象做干扰试验, 结果表明, 当 ρ(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) < 150 mg/L, ρ(镍) < 50 mg/L 时, 对镉的测定没有影响, 质量浓度过高则会导致测定值明显偏低。SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 对测定的影响见表 2, 镍对测定的影响见表 3。

表 2 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 对测定的影响

Table 2 Effect of SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> on detective results

质量浓度 ρ / (mg·L <sup>-1</sup> )	0	150	160	170	180	190	200
吸光值	0.210 1	0.187 2	0.172 1	0.174 2	0.168 3	0.163 4	0.169 2
测定值 ρ / (μg·L <sup>-1</sup> )	108	95.8	87.8	88.9	85.8	83.2	86.3

表 3 镍对测定的影响

Table 3 Effect of nickel on detective results

质量浓度 ρ / (mg·L <sup>-1</sup> )	0	20	50	100	150	200
吸光值	0.190 3	0.189 4	0.191 1	0.158 8	0.138 0	0.105 6
测定值 ρ / (μg·L <sup>-1</sup> )	97.4	96.9	97.8	80.8	69.9	52.9

### 2.4 标准曲线

于 6 个 50 mL 容量瓶中, 分别准确加入 10.0 mg/L 镉标准溶液 0 mL, 0.05 mL, 0.10 mL, 0.20 mL, 0.40 mL, 0.50 mL, 再加入 1 mL 50 g/L 酒石酸溶液, 用 1% 硝酸溶液定容, 配制成 0 μg/L, 10.0 μg/L, 20.0 μg/L, 40.0 μg/L, 80.0 μg/L, 100 μg/L 镉标准溶液系列。在上述条件下测定, 以吸光值为纵坐标、质量浓度为横坐标, 绘制标准曲线, 回归方程为  $y = 0.00200x + 0.0023$ , 相关系数  $r = 0.9996$ 。

### 2.5 方法检出限

在上述条件下, 平行测定 2.50 μg/L 镉标准溶液 7 次, 测定值分别为 2.64 μg/L, 2.47 μg/L, 2.79 μg/L, 2.45 μg/L, 2.11 μg/L, 2.10 μg/L, 2.03 μg/L, 标准偏差  $s$  为 0.295 μg/L。按  $MDL = t_{(n-1, 0.99)} \times s$  计算方法检出限为 0.9 μg/L, 式中, 当  $n = 7$  时,  $t_{(n-1, 0.99)} \approx 3.143$ 。

### 2.6 精密度试验

在上述条件下, 分别平行测定 10.0 μg/L, 50.0 μg/L, 90.0 μg/L 镉标准溶液及河水加标样品, 考察方法精密度, 结果见表 4。

(下转第 75 页)

之间的性能差异,同一类型仪器的测量结果吻合性较好,不同类型仪器之间的差异较大。针对比对发现的问题,建议在射频综合场强测量时,应选用频率响应范围为 0.1 MHz~3 000 MHz 的仪器测量,不选用 0.1 MHz~5 000 MHz 的仪器测量。工频电磁场测量时,使用光纤连接读出器,可减少人为对被测电磁场的影响,数据更准确,同时,应选用配置三维探头和塑料支撑杆的仪器测量。

#### [参考文献]

- [1] 孙秀莲. 国内外电磁辐射监测技术概况及其发展趋势 [J]. 山东环境, 1995, 65(2): 5-6
- [2] 尚明昆, 梁丹丹. 浅谈电磁辐射与环境污染 [J]. 思茅师范高等专科学校学报, 2009, 25(6): 22-23
- [3] 赵福祥, 张起虹, 蔡新华, 等. 工频电磁场的测量比对 [J]. 电

力环境保护, 2008, 24(2): 58-59

- [4] 国家质量技术监督局. GB15483.1-1999 利用实验室间比对的能力验证 第 1 部分: 能力验证计划的建立和运作 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1999
- [5] 王承忠. 实验室间比对的能力验证及稳健统计技术第五讲 稳健统计技术 (一) [J]. 理化检验-物理分册, 2004, 40(11): 589-593
- [6] 王承忠. 实验室间比对的能力验证及稳健统计技术第二讲 能力验证计划的运作和能力评价 [J]. 理化检验-物理分册, 2004, 40(8): 427-429
- [7] 朱重德. 电磁辐射污染与防护 [J]. 上海环境科学, 2004, 23(2): 81-86
- [8] 赵福祥, 张起虹, 蔡新华, 等. 测量工频电磁场应注意的问题 [J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19(5): 57-58
- [9] 庄振明, 谢咏梅, 宋永忠. 解决电磁辐射分析仪测量值偏高的方法 [J]. 环境监测管理与技术, 2008, 20(4): 70-71

本栏目责任编辑 薛光璞 陈宝琳

(上接第 65 页)

表 4 精密度试验结果

Table 4 Test results of precision

样品	10.0 μg/L		50.0 μg/L		90.0 μg/L	
	标液	标液	标液	标液	标样 1	标样 2
测定值 ρ	10.3	49.5	88.0	49.0	85.3	
/(μg·L <sup>-1</sup> )	2	11.3	49.4	90.0	52.8	86.4
	3	10.1	50.6	87.7	52.0	79.5
	4	8.54	48.8	89.0	48.1	81.0
	5	10.4	50.8	89.9	51.9	85.1
	6	11.2	50.8	89.8	49.0	79.6
	7	9.97	51.0	90.0		
	8	9.91	50.3	88.7		
	9	8.30	50.4	91.5		
	10	10.8	50.4	90.3		
	测定均值 ρ	10.1	50.2	89.5	50.5	82.8
/(μg·L <sup>-1</sup> )						
	RSD %	9.8	1.4	1.3	3.9	3.8

## 2.7 实际水样测定与加标回收试验

将河水样品经 0.45 μm 滤膜过滤后,加硝酸酸化至 pH 值 ≤ 2,在上述条件下测定,并做加标回收试验,结果见表 5。

表 5 实际水样测定与加标回收试验结果

Table 5 Test results of sample analysis and spiked recovery

样品	1	2	3
测定均值 ρ/(μg·L <sup>-1</sup> )	—	—	—
加标量 ρ/(μg·L <sup>-1</sup> )	10.0	80.0	50.0
加标后测定均值 ρ/(μg·L <sup>-1</sup> )	9.79	83.0	50.9
回收率 %	97.9	104	102

## 2.8 标准样品测定

在上述条件下平行测定锑标准样品 [(1.47 ± 0.11) mg/L], 测定均值为 1.49 mg/L, 在保证值范围内,符合要求。

## 3 结语

采用石墨炉原子吸收分光光度法测定地表水中的锑,方法操作简便,抗干扰能力强,灵敏度高,精密度与准确度良好,对样品作适当预处理后还可用于废水中锑的检测。

#### [参考文献]

- [1] 国家环境保护总局. GB 3838-2002 地表水环境质量标准 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2002
- [2] 中华人民共和国卫生部, 国家标准化管理委员会. GB 5749-2006 生活饮用水卫生标准 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2006
- [3] 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 386-388
- [4] 吴宏, 黄德乾, 金焰, 等. 环境样品中铅、镉、汞、硒形态分析研究进展 [J]. 环境监测管理与技术, 2008, 20(4): 9-11
- [5] US EPA 200.9-1994 Determination of trace elements by stabilized temperature graphite furnace atomic absorption [S].
- [6] US EPA 204.2-1978, Antimony (AA, flame technique) [S].
- [7] US EPA 7041-1986, Antimony (atomic absorption, flame technique) [S].
- [8] 李付江, 刘萍, 刘岩. 石墨炉原子吸收法直接测定牛奶中硒 [J]. 环境监测管理与技术, 2005, 17(3): 34-35

本栏目责任编辑 姚朝英