

·工作经验·

火焰原子吸收光谱法测定底泥中铜铅镍锌镉铬的 10 种消解方法的比较

孙国明¹, 吴 敏²

(1. 礼来制药有限公司, 江苏 苏州 215021; 2. 苏州新区环境监测站, 江苏 苏州 215011)

中图分类号: O657.31

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2003)05-0032-02

湖泊底泥中重金属含量的多寡对水产养殖业的影响以及其底泥能否作为农田肥料都至关重要。目前有关底泥中重金属的测定, 原子吸收光谱法是较理想的一种方法。由于对底泥样品所用的前处理方法不同, 有时会使测定结果有明显的差异。为此, 今对常用的 10 种消解法^[1-6]进行全面、系统的试验比较, 供参考。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

AA 6800 火焰原子吸收光谱仪, 岛津; 铜、铅、镍、锌、镉、铬单元素空心阴极灯, 上海电光器件公司; 混合金属标准溶液: 铜、铅、镍各为 25.0 mg/L, 锌、铬各为 10.0 mg/L, 镉 2.50 mg/L; 所用试剂除过氧化氢为分析纯外, 其余均为优级纯。

1.2 试验方法

1.2.1 样品制备

底泥经自然风干, 研细过 100 目筛, 用四分法取样 200 g, 保存备用。

1.2.2 样品消解

方法 1~方法 8 称取 0.500 0 g 样品于 100 mL 高型玻璃烧杯; 方法 9 和方法 10 则称取 0.500 0 g 样品于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中进行消解。每种消解方法均作 3 份平行样和空白试验。消解后过

滤, 用 0.2 mol/L HNO₃ 稀释至 50 mL, 火焰原子吸收光谱仪测定。

1.2.3 样品 10 种消解方法

方法 1——硝酸水浴消解法

在盛有样品的烧杯中(下同)加入硝酸 10 mL, 盖上表面皿, 置于 100℃ 水浴上加热消解, 直至棕色 N₂O 赶尽, 取下冷却, 过滤。

方法 2——硝酸煮沸消解法

加入硝酸 10 mL, 盖上表面皿, 在电热板上加热煮沸 20 min, 取下冷却, 过滤。

方法 3——硝酸蒸干消解法

加入硝酸 10 mL, 盖上表面皿, 在电热板上加热煮沸 20 min, 再低温蒸干, 冷却, 加适量水, 加热溶解残渣, 过滤。

方法 4——王水消解法

加入王水 10 mL, 盖上表面皿, 下同方法 3。

方法 5——干灰化-王水消解法

将样品杯置马弗炉内, 于 450℃ 灰化 60 min, 下同方法 4。

方法 6——硝酸-高氯酸消解法

收稿日期: 2003-04-21; 修订日期: 2003-09-11

作者简介: 孙国明(1962—), 男, 江苏苏州人, 大学, 从事生物研究分析工作。

工业废水可在萃取后适当稀释测定。色谱图见图 1。从图 1 可见, HP-1 柱分离效果良好。

5 检测限及精密密度

对 3.0 mg/L 溴丙磷标准溶液连续测定 6 次, 相对标准偏差为 2.6%。当萃取倍数为 1:10 时, 方法检出质量浓度可达 0.000 7 mg/L, 完全能满足环

境样品的分析要求。

[参考文献]

- [1] 董华模. 化学物的毒性及其环境保护参数手册[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1988. 924-925.
- [2] 林郁. 农药应用大全[M]. 北京: 农业出版社, 1989. 695.

本栏目责任编辑 李延嗣



加入硝酸 5 mL, 盖上表面皿, 在电热板上加热煮沸 15 min, 加高氯酸 5 mL, 继续加热消解至近干, 加 2 mol/L 盐酸 5 mL, 加热煮沸, 取下冷却, 过滤。

方法 7——硝酸 - 过氧化氢消解法

加入硝酸 5 mL, 盖上表面皿, 加热煮沸 15 min, 加入过氧化氢 5 mL, 继续加热消解至近干, 下同方法 6。

方法 8——王水 - 高氯酸消解法

加入王水 5 mL, 盖上表面皿, 加热煮沸消解至近干, 下同方法 6。

方法 9——硝酸 - 氢氟酸 - 高氯酸消解法

在盛有样品的聚四氟乙烯烧杯中, 加入硝酸 2 mL, 氢氟酸 10 mL, 加热赶 SiF₄ 并蒸干, 取下冷却, 用水沿杯壁洗 1 次, 再加入高氯酸 1 mL 赶氟, 待白烟冒尽, 加高氯酸 1 mL 再赶氟 1 次, 加 2 mol/L 盐酸 5 mL, 煮沸, 取下冷却, 过滤。

方法 10——硝酸 - 氢氟酸 - 硫酸消解法

该法不用高氯酸改用 2 mol/L 硫酸 1 mL 两次赶氟, 其他均同方法 9。

1.2.4 标准曲线

吸取一系列混合金属标准溶液于 50 mL 容量

瓶中, 以 0.2 mol/L 硝酸稀释至刻度, 摇匀, 按表 1 仪器工作条件 (锌再稀释 10 倍, 铜铅镍镉铬直接喷入火焰) 测定, 绘制标准曲线, 标准曲线线性范围: 铜、铅、镍 0.5 mg/L ~ 2.5 mg/L; 锌、铬 0.2 mg/L ~ 1.0 mg/L; 镉 0.05 mg/L ~ 0.25 mg/L。

1.2.5 样品测定

样品用火焰原子吸收光谱法测定, 仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

元素	波长 / nm	灯电流 / mA	光谱带宽 / nm	空气流量 q _v / (L min ⁻¹)	乙炔流量 q _v / (L min ⁻¹)
Cu	324.8	5.0	0.5	8.0	1.8
Pb	283.3	7.0	0.4	8.0	1.7
Ni	232.0	10.0	0.2	7.5	1.5
Zn	213.9	6.0	0.5	7.5	1.2
Cd	228.8	5.0	0.2	8.0	1.5
Cr	357.9	8.0	0.4	7.0	1.8

2 结果与讨论

2.1 测定结果

10 种消解方法处理样品所测 6 种元素的结果列于表 2。

表 2 样品中 6 种金属元素的测定结果

(mg kg⁻¹)

元素	样品消解方法									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Cu	91	105	109	112	108	111	107	114	117	115
Pb	80.1	78.3	84.6	79.0	86.4	95.0	84.4	97.1	108	65.6
Ni	41.5	40.0	38.2	38.4	38.3	43.5	38.0	44.3	57.0	52.2
Zn	285	280	320	305	300	330	290	325	345	355
Cd	5.09	4.98	5.12	5.10	4.96	5.15	5.06	5.13	5.25	5.10
Cr	41.2	40.6	38.4	38.0	38.3	43.1	38.0	44.5	57.1	52.7

2.2 讨论

由表 2 看出, 同时测定铜铅镍镉铬 6 种金属元素, 消解方法 9 即硝酸 - 氢氟酸 - 高氯酸消解法最为理想。方法 10 硝酸 - 氢氟酸 - 硫酸消解法, 除铅因与硫酸形成硫酸铅沉淀而导致测定结果偏低外, 其他 5 种金属元素的消解也是比较好的。如只单独测定镉, 上述 10 种消解方法中的任何一种都可以采用。文献[6]强调, 对于上述 6 种金属元素的测定, 即使应用微波消解, 其混合酸中的氢氟酸也是必不可少的。

[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 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 435 - 438.

[2] 李苏峰, 马运宏, 独霖, 等. 火焰原子吸收光谱法测定污泥中铜和锌[J]. 理化检验—化学分册, 2000, 36(6): 282 - 283.
 [3] 曹茂林. 恒温平台石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中镉[J]. 理化检验—化学分册, 1999, 35(4): 178.
 [4] 扬文琴, 王晶, 耿立威. 紫外光谱法测定土壤中 Se() [J]. 理化检验—化学分册, 2002, 38(1): 42.
 [5] 吴华, 吴福全, 李绍南. 纵向塞曼恒温平台石墨炉原子吸收法测定土壤、底质中镉和砷[J]. 环境监测管理与技术, 1999, 11(4): 20 - 22.
 [6] 史啸勇, 郁建桥. 微波消解 - 原子吸收光度法测定土壤中铜铅镍镉铬[J]. 环境监测管理与技术, 2003, 15(1): 32 - 33.

