

# 原子荧光光谱法测定水中低含量锡

李 飞

(南通市环境监测站, 江苏 通州 226300)

**摘 要:** 采用原子荧光光谱法测定水中锡, 结果表明, 方法检测限为  $0.14 \mu\text{g/L}$ , 在  $0.0 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$  范围内线性良好。不同浓度标准溶液测定的相对误差  $\leq 2.0\%$ , 实际样品测定的加标回收率在  $90.0\% \sim 109\%$  之间, 相对标准差  $\leq 6.1\%$ , 准确度和精密度均较好。

**关键词:** 原子荧光光谱法; 锡; 水

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2005)04-0028-01

## To Detect Low Concentration Tin in Water by Atomic Fluorescence Spectrometry

LI Fei

(Tongzhou Environmental Monitoring Station, Tongzhou, Jiangsu 226300, China)

**Abstract** To detect low concentration Tin in water by atomic fluorescence spectrometry. Detection limit is  $0.14 \mu\text{g/L}$ , within  $0.0 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$  its linear was good. Relative error for different concentration standard solution was less  $2.0\%$ , sample recovery rate was between  $90.0\% \sim 109\%$ . Relative standard deviation was less  $6.1\%$ .

**Key words** Atomic fluorescence spectrometry; Tin; Water

锡能与有机物形成极毒的有机锡化合物, 严重危害人体健康。因此, 环境水体中锡的监测不容忽视。水样中锡的测定, 目前尚无统一标准方法, 今在文献[1, 2]的基础上, 试验了原子荧光光谱法测定水中锡, 取得了满意的结果。

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器与试剂

AFS-2202a 双道原子荧光光度计, 配有计算机数据处理系统, 北京万拓仪器有限公司; 锡空心阴极灯。锡标准贮备液: 称取高纯锡  $0.1000 \text{g}$  置于  $300 \text{mL}$  烧杯中, 加  $6 \text{mol/L}$  盐酸  $100 \text{mL}$ , 在水浴上加热溶解, 冷却, 移入  $1000 \text{mL}$  容量瓶中 (预先盛有  $6 \text{mol/L}$  盐酸  $300 \text{mL}$ ), 以水稀释至刻度, 摇匀, 加锡粒保存; 锡标准溶液: 使用时, 将锡标准贮备液逐级稀释为  $1.0 \text{mg/L}$  锡标准溶液 (保持盐酸浓度为  $1.5 \text{mol/L}$ );  $20 \text{g/L}$  硼氢化钾 -  $5 \text{g/L}$  氢氧化钾溶液, 现用现配; 试验用水均为去离子水, 酸为

优级纯。

#### 1.2 试验方法

##### 1.2.1 工作曲线绘制

移取  $1.0 \text{mg/L}$  锡标准溶液  $0.00 \text{mL}$ ,  $0.25 \text{mL}$ ,  $0.50 \text{mL}$ ,  $1.50 \text{mL}$ ,  $2.50 \text{mL}$ ,  $3.50 \text{mL}$  和  $5.00 \text{mL}$  分别置于 7 个  $50 \text{mL}$  容量瓶中 (先加入适量水和  $2.5 \text{mL}$  盐酸), 加入硫脲、抗坏血酸各  $0.5 \text{g}$  用水稀释至刻度, 溶解后摇匀。放置  $15 \text{min}$  后, 测定其荧光强度, 绘制工作曲线, 在  $0.0 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$  范围内呈良好线性关系, 相关系数  $> 0.999$ 。

##### 1.2.2 样品测定

移取  $50.0 \text{mL}$  水样于  $150 \text{mL}$  锥形瓶中, 加入数粒玻璃珠, 沿瓶壁加入新配制的  $\text{HNO}_3 + \text{KCD}_4$

(下转第 47 页)

收稿日期: 2004-12-24; 修订日期: 2005-04-18

作者简介: 李飞 (1969-), 女, 江苏睢宁人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

6xx/x-xx-xxx 中的测试方法可从 <http://www.epa.gov/clariton/chtml/pubtitleOED.html> 处下载, 文件格式为文本扫描图像, 可选择打印页码范围。

#### 4 EPA 测试方法的特点

(1) 测试方法系列全、更新快。如 VOC 测定方法有 52 个, 发布日期为 1986 年—2002 年, 涉及各个领域, 包括室内空气、空气、水、土壤、土壤—气体等。

(2) 测试方法网上电子版本可以下载, 方便用户。

(3) 《EPA 测试方法索引》可以根据方法编号

查, 也可以根据化学品或方法描述查。方法索引共有 7 个字段: 方法编号、化学品或方法描述、EPA—报告、40—CFR—部分、图书馆藏号、电子版本、发布日期。文献 [2] 可从 <http://www.epa.gov/region/oam/test.html> 处下载。

#### [参考文献]

- [1] H J/T 91-2002 地表水和污水监测技术规范 [S].  
[2] NELSON P. Index to EPA Test Methods [M]. Boston US EPA New England Region Library, 2003

本栏目责任编辑 姚朝英

(上接第 28 页)

(等量混合) 5 mL, 摇匀, 放置过夜。次日于电热板上消化至冒白烟, 取下, 冷却, 用水洗瓶壁, 继续加热至冒白烟, 反复两次 (不能蒸干), 冷却后转移至 50 mL 容量瓶中, 以下步骤同工作曲线绘制。同时测定两份全程序空白样。

#### 1.3 仪器工作条件

负高压 300 V, 灯电流 80 mA, 原子化温度 850 °C, 原子化器高度 8 mm, 载气 (Ar) 400 mL/min, 屏蔽气 (Ar) 1 000 mL/min, 读数时间 15 s, 延迟时间 4 s。

## 2 结果与讨论

### 2.1 检测限

以连续 11 次测量空白溶液荧光信号的 3 倍标准偏差计算, 检测限为 0.14 μg/L。

### 2.2 准确度

配制 4 种不同浓度的标准溶液进行测定, 结果见表 1。

表 1 标准溶液测定结果 (n=4)

标液质量浓度 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	测定均值 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	相对误差 /%
0.300	0.299	-0.3
0.500	0.501	0.2
5.00	5.10	2.0
10.0	9.90	-1.0

从表 1 可见, 测定值与标准溶液配制值间的相对误差  $\leq 2.0\%$ , 表明该方法准确性好。

### 2.3 实际样品测定

取过滤后的涂料废水样品 50 mL 进行测定, 结果见表 2。

表 2 涂料废水样品测定结果 (n=4)

样品	测定均值 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	RSD /%	加标量 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	回收量 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	回收率 /%
1	0.279	1.5	0.300	0.285	95.0
2	0.313	6.1	0.300	0.276	92.0
3	0.672	0.9	1.00	0.900	90.0
4	2.22	3.5	3.00	3.27	109

从表 2 可见, 实际样品测定结果的相对标准差  $\leq 6.1\%$ , 精密度较好, 加标回收率在 90.0% ~ 109% 之间, 均符合江苏省水质监测技术规范规定的关于废水监测的质量要求。

#### [参考文献]

- [1] GB/T 5009.16-1996 食品中锡的测定 原子荧光光谱法 [S].  
[2] 王升章, 郭小伟. 氢化物—无色散原子荧光法测定地质样品中微量锡 [J]. 理化检验—化学分册, 1984, 20(5): 15-16