

预浓缩横向加热石墨炉 AAS 法测定涉水材料浸泡水中铅镉

彭玉秀 徐先顺

(四川省疾病预防控制中心, 四川 成都 610031)

卫生部 2001 年颁布的《生活饮用水卫生规范》规定了铅, 镉作为涉水材料浸泡水中卫生安全评价指标。定值为铅增加量<1.0μg/L, 镉增加量<0.5μg/L^[1], 要求的检测限和定量下限会更低。目前直接测定能满足要求的只有 ICP-MS^[2]等手段, 但其仪器成本和使用成本都很高, 其它方法^[3]有石墨炉原子吸收法, 催化示波极谱法和 ICP-OES 等都要求前处理, 且示波极谱法干扰严重, 处理烦杂; 横向加热石墨炉由于其很好地克服了普通马斯曼炉时间和空间的不等温性, 具有较高的灵敏度和抗干扰能力, 代表着石墨炉发展的方向。本文采用北京普析通用公司的 TAS-986 横向加热石墨炉原子吸收仪在样品通过简单的蒸发浓缩测定涉水材料浸泡水中铅、镉, 不加基体改进剂就能消除较高的背景干扰, 获得满意的结果。

1. 材料与方法

1.1 仪器与试剂

TAS-986 原子吸收分光光度计(北京普析通用公司生产), GFH-986 石墨炉, 国产铅、镉空心阴极灯, 横向加热石墨管。

铅镉标准应用液(铅/镉 500/100μg/L): 分别用铅 GBW08619(1000μg/ml)、镉 GBW08612(1000μg/ml)逐步稀释配制含 1%硝酸铅/镉浓度 500/100μg/L 的混合标准应用液。临用前配成含铅/镉分别为 0.0/0.0 , 1.0/0.20, 5.0/1.00, 10.0/2.00, 20.0/4.00 μg/L 的标准系列。

1.2 方法

样品处理: 参照标准方法^[1]浸泡样品。取浸泡液 100ml 加入 1ml 硝酸在电热板上浓缩近干, 用 1%硝酸定容至 10.00ml 上机测定。

1.2.1 样品及标准溶液测定: 依仪器条件直接测定。

表 1 仪器条件(分析采用氘灯背景扣除方式)

| 元素 | 波长(nm) | 带宽(nm) | 测量方式 | 进样体积(μl) | 原子化位置 | 负高压(v) |
|----|--------|--------|------|----------|-------|--------|
| 铅 | 283.3 | 0.4 | 峰高 | 10 | 1.5 | 385 |
| 镉 | 228.8 | 0.4 | 峰高 | 10 | 2.3 | 337 |

升温程序为:

| 元素 | 步骤 | 温度℃ | 升温时间 S | 保持时间 S | 内气流量 |
|----|----|-----|--------|--------|------|
|----|----|-----|--------|--------|------|

| | | | | | |
|---|-----|------|----|----|---|
| 铅 | 干燥 | 100 | 10 | 15 | 大 |
| | 灰化 | 450 | 6 | 15 | 大 |
| | 原子化 | 1800 | 0 | 3 | 关 |
| | 清扫 | 2000 | 1 | 2 | 大 |
| 镉 | 干燥 | 100 | 10 | 15 | 大 |
| | 灰化 | 350 | 6 | 15 | 大 |
| | 原子化 | 1500 | 0 | 3 | 关 |
| | 清扫 | 1800 | 1 | 2 | 大 |

2. 结果与讨论

2.1 石墨炉测定条件的比较

我们用 TAS-986 型横向加热石墨炉原子吸收仪与美国 PE1100B 型原子吸收仪对原子化温度作比较（以铅为例），结果发现 TAS-986 型横向加热石墨炉原子吸收仪的原化温度大大低于 PE1100B 型原子吸收仪的原子化温度，结果见表 2。

表 2 原子化温度比较（pb20μg/L）

| 仪器型号 | 原子化温度℃ | 吸光度 |
|---------|--------|-------|
| TAS-986 | 1800 | 0.217 |
| PE1100B | 2300 | 0.135 |

2.2 背景吸收比较

我们对净水剂样品同时用两种仪器作背景吸收比较，结果发现 TAS-986 型横向加热石墨炉原子吸收仪具有较强的抗干扰能力，其背景值大大低于 PE1100B 型原子吸收仪的背景值，结果见表 3。

表 3 背景吸收（2#样）

| 仪器型号 | 原子化温度℃ | 吸光度 |
|---------|--------|-------|
| TAS-986 | 1800 | 0.186 |
| PE1100B | 2300 | 0.645 |

2.3 原子化温度的选择（10μg/Lpb 4μg/Lcd）

通过是实验发现铅、镉原子化温度与吸光度的关系曲线，铅原子化温度在 1600℃~2000℃为一平台，镉原子化温度在 1500℃~1800℃也为一平台，考虑多

种因素，本文选择铅的原子温度 1800℃，镉的原子化温度为 1500℃。

2.4 特征质量、检出限与标准曲线

铅的特征质量为 8.4pg，以 11 次空白吸光度 3 倍标准差计算方法检出限为 0.6μg/L，折合成样品原液为 0.06μg/L。曲线在 0~20μg/L 范围成线性（C=191.71A-1.14），相关系数为 0.998，当浓度为 1.0、5.0、10.0 时 RSD 在 11.75%~0.684%之间。

镉的特征质量为 0.61pg，以 11 次空白吸光度 3 倍标准差计算方法检出限为 0.06μg/L，折合成样品原液为 0.006μg/L，曲线在 0~4μg/L 范围呈线性（C=13.831A-.093），相关系数为 0.997 当浓度为 0.2、1.0、2.0 时 RSD 在 5.73%~1.5390%之间。

2.5 准确度试验：

准确度试验以加标回收测定，结果见表 4，回收率铅在 89.1%~95.9%之间，镉在 90.2%~106%之间，准确度较好。

表 4 样品回收率

| 编号 | 样品浓度 μg/L | | 加标量 μg/L | | 实测值 μg/L | | 回收率% | |
|----|-----------|------|----------|-----|----------|-------|------|------|
| | 铅 | 镉 | 铅 | 镉 | 铅 | 镉 | 铅 | 镉 |
| 1# | 5.01 | 1.03 | 1 | 0.5 | 5.891 | 1.481 | 89.1 | 90.2 |
| | | | 5 | 1 | 9.55 | 5.952 | 91 | 95.2 |
| | | | 10 | 2 | 24.01 | 1.232 | 95 | 101 |
| 2# | 10.05 | 1.43 | 1 | 0.5 | 10.943 | 1.483 | 89.3 | 106 |
| | | | 5 | 1 | 14.61 | 2.412 | 91.2 | 98.2 |
| | | | 10 | 2 | 19.03 | 3.28 | 89.8 | 92.5 |

3 结论：

由此可见横向加热石墨炉原子吸收法测定有以下优点：基体影响大大削弱；减除记忆效应；较正可更多采用水标；原子化温度普遍偏低 100~300℃，大大延长了石墨管寿命；。

参考文献

[1]中华人民共和国卫生部，生活饮用水卫生规范[M]，2001 年

[2]蔡玲，谢华林，李爱阳. ICP-MS 法测定 PVC-U 饮水管材（件）中的痕量铅、镉、锡、汞[J]. 化学分析计量，2003（12），6：26-28

[3] 方荣. 原子吸收光谱法在卫生检验中的应用[M] . 北京:北京大学出版社, 1991. 179 - 181.