

# 萃取反萃取—石墨炉原子吸收法测定水中铜、镉和铅

烟 伟

(国家海洋局天津海水淡化与综合利用研究所检测与监测中心, 天津, 300192)

**摘要:** 在 pH=5.5 的条件下, 水中的  $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$  能被吡咯烷基二硫代甲酸铵 (APDC) 和二乙氨基二硫代甲酸钠 (DDTC) 混合螯合剂定量络合, 随后稳定的络合物被甲基异丁酮 (MIBK) 萃取, 与大量共存元素分离进入有机相, 其中铜直接用石墨炉原子吸收分光光度计进行测定, 镉和铅经过硝酸反萃后用石墨炉原子吸收分光光度计测定。分析测定结果令人满意。

**关键词:** APDC+DDTC, 甲基异丁酮 (MIBK) 萃取, 石墨炉, 铜、镉、铅

## Use of Extraction and Back Extraction –Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS) for Measuring Cu、Cd、Pb in water

**Abstract:** In this paper, it be reported that  $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$  in water can be quantitatively chelated by APDC and DDTC at pH=5.5. And these stable complex were extracted by MIBK to separate a large amount of coexisting elements from the aqueous phase into the organic phase, and which of  $\text{Cu}^{2+}$  can be directly determined by GFAAS. And which of  $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Pb}^{2+}$  were back extracted by  $\text{HNO}_3$  and can be also determined by GFAAS. The experimental data obtained are quite satisfactory.

**Key words:** APDC+DDTC MIBK graphite furnace AAS  $\text{Cu}^{2+}$   $\text{Cd}^{2+}$   $\text{Pb}^{2+}$

## 引言:

镉、铅对人体健康是十分有害的元素, 而且毒性很大。镉主要积蓄在肾脏, 使人体的泌尿系统功能发生变化, 引起多种疾病, 1955 年在日本富山县发生的痛痛病, 即为镉污染所致<sup>[1]</sup>。用含镉 0.007 毫克/升的水灌溉农田时, 土壤和稻米将受到明显的污染, 因此, 镉是我国水质监测排放总量控制的重要指标之一。镉、铅的污染主要来自采矿、冶金、化工、石油、电镀等工业排放的废水, 这些废水排放到水体中引起水质污染。因此, 对水体中有害重元素进行有效检测, 保护生态环境就显得十分重要。

天然水体中铜、镉和铅的含量较低, 常采用螯合一萃取分离方法进行分析检测<sup>[2]</sup>。本文用普析通用 TAS-990 横向加热石墨炉原子吸收分光光度计, 采用 APDC+DDTC 混合螯合剂, 在 pH=5.5 的条件下, 用甲基异丁酮 (MIBK) 萃取一反萃取分离方法, 测定水中铜、镉和铅, 取得较为满意的测定结果。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

**仪器:** TAS-990 型横向加热石墨炉原子吸收分光光度计 (北京普析通用仪器有限责任公司)  
铜、镉和铅空心阴极灯: 衡水市宁强光源公司

**试剂:** 硝酸( $\text{HNO}_3$ ):  $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ , 高纯。

硝酸溶液: 1+1

硝酸溶液: 1+99 0.2%

氨水( $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ ):  $c(\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O})=6 \text{ mol/L}$  优级纯。

乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ):  $\rho=1.05 \text{ g/mL}$ , 优级纯。

甲基异丁酮(MIBK)—环己烷混合液:

将 240 mL MIBK( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$ )和 60 mL 环己烷( $\text{C}_6\text{H}_{12}$ )在锥形分液漏斗中混合, 加 3 mL 硝酸, 振荡 0.5 min, 用水洗涤有机相二次, 弃去水相。按此重复处理 3 次。最后用水洗涤至

水相 pH6~7，收集有机相。

吡咯烷基二硫代甲酸铵(APDC)一二氨基二硫代甲酸钠(DDTC)溶液：

分别称取 APDC(C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>)和 DDTC(C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>NS<sub>2</sub>Na)各 1.0 g，溶于水中，经滤纸过滤后稀释至 100 mL，用 MIBK—环己烷萃取提纯 3 次，每次 10 mL，收集的水溶液保存于冰箱中，一周内有效。

乙酸铵溶液：

量取 100 mL 乙酸于锥形分液漏斗中，用氨水(6 mol/L)中和至 pH5.5。加 2 mL APDC-DDTC 溶液，10 mL MIBK-环己烷混合液，振摇 1 min，弃去有机相。重复萃取提纯 3 次，存于试剂瓶中。

溴甲酚绿溶液：称取 0.1 g 溴甲酚绿，溶于 100 mL(20%)乙醇中。

铜、镉、铅标准溶液（0.1mg/ml）（天津化学试剂研究所）

其它试剂为分析纯试剂，水为无镉、铅的高纯水。

1.2 实验方法

本文采用海洋监测规范标准（GB 17378.4-1998）<sup>[3]</sup>，对海水中的铜、镉和铅进行了分析检测。以零浓度的标准液为空白，测定溶液吸光度，仪器工作参数参照表 1。

2 结果与讨论

2.1 仪器参数的选择

参考有关文献资料<sup>[4]</sup>，在反复试验的基础上，将选择的仪器工作参数列于表 1。

表 1 石墨炉原子吸收法测定铜、镉和铅的仪器工作参数

工作参数	元素		
	铜	镉	铅
光源	空心阴极灯	空心阴极灯	空心阴极灯
灯电流（mA）	3.0	2.0	2.0
波长（nm）	324.7	228.8	283.3
光谱带宽（nm）	0.4	0.4	0.4
干燥温度/保持时间(s)	110℃/10s	100℃/10s	110℃/10s
灰化温度/保持时间(s)	450/15s	360/15s	480/15s
原子化温度/保持时间(s)	2000/3s	1700/3s	1900/3s
清除温度/保持时间(s)	2100/2s	1800/2s	2000/2s
氩气流量（ml/min）	200	200	200
进样体积（μL）	10	10	10

2.2 工作曲线

（1）铜、镉、铅系列标准溶液：

铜采用萃取分离法，系列标准溶液的浓度为（标准使用液（0.02μg/ml））：0.0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00μg/L。

镉、铅采用萃取-反萃分离法，镉系列标准溶液的浓度为（标准使用液（0.1μg/ml））：0.0、0.05、0.075、0.10、0.20、0.30μg/L。铅系列标准溶液的浓度为（标准使用液（1.0μg/ml））：0.0、1.00、2.00、3.00、4.00μg/L。以无镉、铅高纯水的零浓度标准液为试剂空白样进行测定，将测定结果制成标准工作曲线。

（2）水样测定

量取 100ml 经过滤并加酸固定的水样于分液漏斗中，按海洋监测规范标准（GB 17378.4-1998）中操作步骤，测定吸光值。

3 测定结果

按上述实验方法，对水样进行了测定，测定结果为：铜 4.79~5.06μg/L、镉 0.249~0.268μg/L、铅 1.964~2.012μg/L。

3.1 精密度试验

为了考察试验结果的重现性，对水样作了精密度试验，测定结果列于表 2。

3.2 回收率试验

取不同量的各元素标准溶液（其中铜 60ng，镉 20ng，铅 200ng），按实验方法进行回收率的实验，结果表明：铜的回收率为 99.5~101%，镉的回收率为 97.75~105.4%，Pb 的回收率为 92.8~112.4%。

表 2 铜、镉和铅精密度的实验结果

元素	吸光度(n=8)	平均值	标准偏差	相对标准偏差（%）
Cu	0.140,0.142,0.141,0.143,0.140,0.144,0.142,0.145	0.142	0.00181	1.27
Cd	0.089,0.081,0.077,0.076,0.080,0.076,0.083,0.075	0.0796	0.00472	5.93
Pb	0.088,0.092,0.083,0.080,0.081,0.085,0.078,0.088	0.0844	0.00475	5.63

参考文献：

[1] 国家环境保护总局编，水和废水监测分析方法[M]（第四版），北京：中国环境科学出版社，2002： 10

[2] 刘 珍，化验员读本(仪器分析)[M]，北京：化学工业出版社，1993： 154—155

[3] GB 17378.4-1998 海洋监测规范，铜、镉、铅—无火焰原子吸收分光光度法[S]

[4] 原子吸收分析技术（培训讲义），北京：普析通用仪器有限责任公司