

石墨炉原子吸收光谱法测定水中痕量钼

陆虎, 王莹 (天津供水水质监测网滨海监测站, 天津 300457)

钼是一切固氮植物所必需的营养成分, 对植物内维生素 c 的合成, 含量与分解具有一定作用。天然水中钼的含量为每升数微克。冶金、电子、石油加工、陶瓷和纺织等工业废水中常含有钼, 但废水中钼的含量一般比较低。人和动物体内含钼过多可使钙、磷和铜的代谢受到影响, 发生突变。钼酸铵浓度达 10 mg/L 时, 可使水中的色味加强。钼浓度为 5 mg/L 是对水体的生物自净作用有抑制效应, 并对某些植物 (如莴苣) 生长有害^[1]。《生活饮用水卫生规范》中规定饮用水中钼的限值为 0.02 mg/L, 水源水中钼的限值为 0.07 mg/L^[2]。石墨炉原子吸收法是测定水中痕量钼的重要方法, 其灵敏度高, 检出限低, 精密度高, 准确性好, 用样量小及操作简便。

分析方法

1 仪器与试剂

PerkinElmer AAnalyst 600 原子吸收光谱仪 (美国 PerkinElmer 公司); 横向加热热解涂层石墨管 (PerkinElmer 公司); 钼空心阴极灯 (PerkinElmer 公司)。H90A 循环冷却水; 高纯 Ar 气体。

2. 仪器条件

测量波长 313.3 nm, 狭缝宽度 30 nm, 灯电流 0.7 mA。石墨炉升温程序见表 1。

3 标准溶液

钼标准溶液 (100 mg/L), 国家标准物质研究中心; 钼标准中间溶液 (1000 μg/L); 钼标准使用液 (20 μg/L)。一般测定水源水和饮用水中的钼不产生基体干扰, 故不需加入基体改进剂。

表 1 石墨炉升温程序

步骤	温度 (°C)	坡升时间 (s)	维持时间 (s)	内部流量 (mL/min)	气体类型
干燥 1	110	1	30	250	Normal
干燥 2	130	15	30	250	Normal
灰化	1000	10	20	250	Normal
原子化	2450	0	5	0	Normal
高温清除	2500	1	3	250	Normal

4 标准工作曲线

用自动进样器配制 4.00、8.00、12.00、16.00、20.00 μg/L 五个不同浓度测定绘制出标准工作曲线。各标准测量结果见表 3, 标准曲线相关系数为 0.9998, 曲线斜率 K 为 0.00502。

表 3 标准溶液测量

标准名称	吸光度 A	浓度 ρ (Mo) / (μg · L ⁻¹)
Calib Blank	-0.0004	0
Standard1	0.0200	4.00
Standard2	0.0404	8.00
Standard3	0.0597	12.00
Standard4	0.0788	16.00
Standard5	0.1001	20.00

5 最低检出限

空白溶液的标准偏差: 对空白溶液进行 10 次测定, 得出标准偏差 s 为 0.0002。计算检出限为 3s/K=3 × 0.0002/0.00502=0.12 μg/L。

6 精密度

对 10 μg/L 质控样品进行 10 次重复测定, 结果分别为: 9.959、9.678、10.05、9.707、9.966、9.953、9.798、9.885、9.892、9.656 μg/L, 相对标准偏差为 1.4%, 低于 5%, 符合痕量测定的要求。

7 准确度 (加标回收率)

选择 3 个不同水样, 在水样中加入不同浓度的钼标准溶液, 测定样品的加标回收率。结果见表 5。

表 5 准确度试验

水样	测定值 μg/L	加入量 μg/L	回收率 /%	加入量 μg/L	回收率 /%
出厂水	6.9	2.0	109.8	12.0	105.7
二期进水口源水	7.7	1.4	109.7	10.0	98.3
尔王庄源水	7.1	3.0	102.5	12.0	102.3

结语

- ① 石墨炉原子吸收法检测钼时其灵敏度高, 取样量少, 操作简便快捷, 基体干扰小。
- ② 在仪器推荐的石墨炉加热程序基础上, 对灰化温度和高温清除温度进行了优化, 起到了减小石墨管记忆效应和基体干扰影响, 使吸光度值升高。
- ③ 通过对最低检出限, 精密度及准确度的测定, 此方法适合测定饮用水及水源水中痕量钼。