

## 原子荧光法测定水中镉的应用方案

### 引言

镉是一种在自然界广泛存在的重金属污染物,镉能在动植物和水生生物体内积蓄,人体镉中毒主要是通过消化道与呼吸道摄入被镉污染的水,空气及食物而引起的.镉在人体内有积蓄作用,潜伏期可长达 10 至 30 年,早期不易觉察,镉对人体组织和器官的毒害是多方面的,且治疗极为困难.由于镉的毒性很大,已被 WHO 确定为优先研究的污染物之一.《生活饮用水卫生.规范》(2001)规定,镉的限值为 0.005mg/L.目前测定饮用水中镉常用的方法有:火焰原子吸收分光光度法,无火焰原子吸收分光光度法,双硫脲分光光度法,催化示波极谱法.无火焰原子吸收分光光度法成本高,火焰原子吸收分光光度法需萃取,其他两种方法操作复杂,灵敏度低.原子荧光技术是近十几年发展较快的一种新的分析技术,

关键词 原子荧光 水 镉

### 原理

在酸性条件下,水样中的镉与硼氢化钾反应生成镉的挥发性物质,由载气带人石英原子化器中,在特制镉空心阴极灯的激发下产生原子荧光,其荧光强度在一定 范围内与被测定 溶液中镉的浓度成正比,与标准系列比较定量.

### 仪器及试剂

美析 AFS-680 双道原子荧光光度计

硝酸(=1.42g/mL),盐酸(=1.19g/mL),优级纯.

硼氢化钾溶液(50g/L)称取 0.5g 氢氧化钠溶于少量纯水中,加入硼氢化钾 25.0g,用纯水定容至 500ml,混匀.

钴溶液(1.0mg/ml)

载流取 10ml 盐酸加入少量纯水,加入 10ml 100ug/L 的钴溶液,用纯水定容至 500ml.

硫脲(10g/L)称取 1.0g 硫脲溶解于 100ml 纯水中.

焦磷酸钠(20g/L)称取 2.0g 焦磷酸钠溶解于 100ml 纯水中.

镉标准贮备溶液[p(Cd)=1.00mg/mL]称取 1.0000g 金属镉(光谱纯),溶于 20ml 1% 硝酸中,用纯水定容至 1000ml 摇匀.

镉标准使用溶液[p(Cd)=0.10ug/L]吸取 10.0ml 1.0mg/ml 镉标准溶液于 100ml 容量瓶中,用纯水定容至刻度.

### 分析步骤

取 10.0ml 水样于比色管中.

标准系列的配制分别吸取 0.10ug/mL 镉标准使用溶液 0.00,0.05,0.10,0.30,0.50,0.70,1.00ml 于比色管中,用纯水定容至 10.0ml,使镉的浓度分别为 0.0,0.50,1.0,3.0,5.0,7.0,10.0ug/L.分别向水样空白及标准溶液管中加入 0.2ml 盐酸,0.2ml 钴溶液(100ug/L),1.0ml 硫脲溶液(10g/L),0.4ml 焦磷酸钠(20g/L)溶液,混匀.

### 仪器条件

(参考)灯电流:50mA;负高压:260V;原子化器高度:10mm;载气流量:800ml/min;屏蔽气流量:1100ml/min;进样体积:0.5ml.

### 测定

设定好仪器最佳条件,点燃原子化器炉丝,稳定 30min 后开始测定,连续使用标准系列空白进样,待读数稳定后,转入标准系列测定,绘制标准曲线随后依次测定未知水样.由计算机绘制标准曲线,计算回归方程  $Y=aX+b$ ,计算未知水样中镉的浓度.

### 注意事项

1、酸介质和酸度挥发性镉组分产生的效率对反应时酸度要求较高.实验表明在盐酸介质中挥发性镉组分产生的效率较高,因此选择盐酸为酸介质.但酸度范围较窄,实验结果显示在 1.5%~2.0%的酸度范围内荧光强度高且较稳定,因此选择 1.5%~2.0%盐酸为酸介质.

2、在镉的测定中还还原剂最好选用硼氢化钾选用硼氢化钠也可以,但噪声比较大.对于硼氢化钾的浓度,在实验选用的酸度条件下,当硼氢化钾浓度超过 3%时,信号保持恒定,当用 5%的浓度时,测定的重复性较好,并

有助于干扰的克服.

3、定量的铜,铅离子对镉的测定产生干扰,加入焦磷酸钠和采用高浓度的硼氢化钾溶液可有效克服铜,铅离子对镉测定产生的干扰.

4、实验表明采用高流量的载气和屏蔽气,可增加测定的稳定性.因为镉的挥发性组分具有较低稳定性,很快的引入原子化器可增加测定的稳定性,也改善检出限和精密度.因此相对测量其它的可形成氢化物元素而言载气和屏蔽气流量要高许多.

5、实验表明  $\text{CO}$  和硫脲共用,对增加镉的挥发性组分的形成效率有很好的作用,有益于提高镉的测定灵敏度.在载流中加入含  $\text{CO}_2$  的溶液,有益于提高镉的测定重复性.

#### **关于美析**

美析主营光谱类仪器:可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子荧光光度计、ICP-AES、ICP-MS,生命科学仪器:超微量分光光度计、全自动核酸提取仪,目前,我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验,结合市场的最新实际需求,近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。