

# 调节石墨管内气流测定废水中的锌

AAS-018

**摘要：**采用石墨炉原子吸收法测定废水中的锌含量，通过优化石墨管的内气流，可以测定较高浓度的样品。结果表明，在 10 ~ 50  $\mu\text{g/L}$  范围内线性关系良好，相关系数  $r=0.9983$ ，方法检出限为 3.2  $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率在 92.84% ~ 107.46% 之间，可满足环境水中样品高含量锌的测定。

**关键词：**原子吸收 石墨炉 内气流 锌

锌是人体中 200 多种酶的组成部分，在人体的生陈代谢中起着重要的作用；同时，因为矿石的开采、电镀、合金等行业锌污染进入到地表水中，生态循环的过程中过量的锌同样会对人体带来很大危害。现行的地表水环境质量标准 GB 3838-2002 把锌的检测纳入到地表水、地下水、废水的监控范围，其中 I 类地表水锌含量要小于 0.05 mg/L，II 类、III 类地表水锌含量要小于 1 mg/L，IV 类、V 类地表水锌含量要小于 2 mg/L。关于锌的测定方法主要有 GB 7472-87- 双硫脲分光光度法和 GB/T 7475-87- 原子吸收分光光度法。前一种方法采用紫外 - 可见分光光度计，操作耗时、繁琐，使用试剂量

大，且已被其它组分干扰测定，已逐渐不为分析工作者采用；后一种方法采用火焰原子吸收法测定，操作简单、快速，但曲线范围在 0.05 mg/L ~ 1 mg/L 内，对于限值附近的样品需要对其进行浓缩富集，较易引入干扰，且操作繁琐。本文用调节石墨炉管内气流法测定废水中的锌，通过优化原子化阶段石墨管内气流的方式，可以直接进样测定 0.01 mg/L ~ 0.05 mg/L 的样品，实验结果表明：在 0.01 mg/L ~ 0.05 mg/L 范围内线性关系良好，相关系数为 0.9983，方法检测限为 3.2  $\mu\text{g/L}$  加标回收率在 92.84% ~ 107.46% 之间，可满足了环境水中锌含量的测定。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

取 50 mL 水样，过滤（采用 0.45  $\mu\text{m}$  孔径滤膜），直接上机测定。

## 结果与讨论

### 2.1 仪器工作参数

波长 213.9 nm，狭缝宽 0.7 nm，点灯方式 BGC-D2，灯电流 8 mA，石墨炉升温程序见表 1。

表 1 石墨炉升温程序

	温度 (°C)	时间 (s)	加热方式	灵敏度	气体流量 (L/min)
1	150	20	RAMP	REGULAR	0.10
2	250	10	RAMP	REGULAR	0.10
3	450	10	RAMP	REGULAR	1.00
4	450	10	STEP	REGULAR	1.00
5	450	3	STEP	REGULAR	0.20
6	1800	2	STEP	REGULAR	0.40
7	2400	2	STEP	REGULAR	1.00

## 2.2 标准曲线的制作

配制 50 µg/L 的锌标液，利用仪器的自动进样器中自动稀释制作 10、20、30、40、50 µg/L 的锌工作曲线，总进样体积为 10 µL，得到图 1 锌标准曲线图。

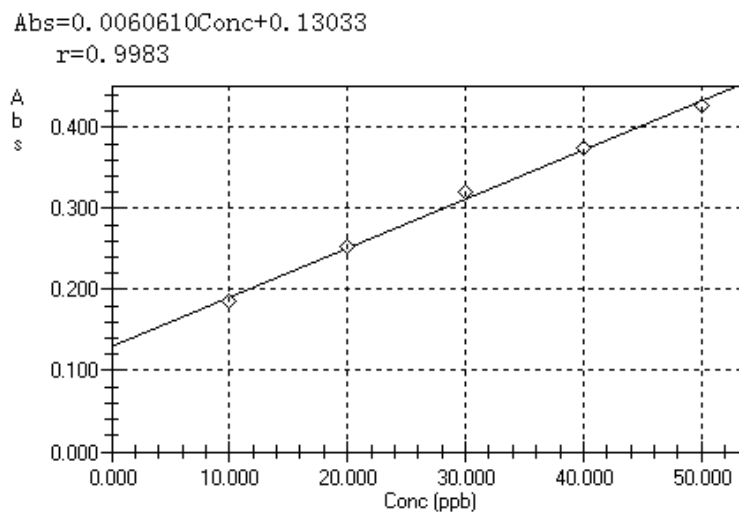


图 1 锌标准曲线图

## 2.3 原子化阶段最佳内气流的搜索

原子化阶段的内气流在选择非高灵敏度方式测定时是可以设定不同的气流速度，从 0.1 mL/min~ 1.5 mL/min 之间皆可以去设定，不同的内气流速度决定原子化阶段基态原子的数目，从而改变吸光度的大小。

以 0.1 mL/min 为步长，以标准曲线浓度点 40 µg/L 为样品，从 0.1 ~ 1 mL/min 范围内搜索最佳内气流，得到以下结果：

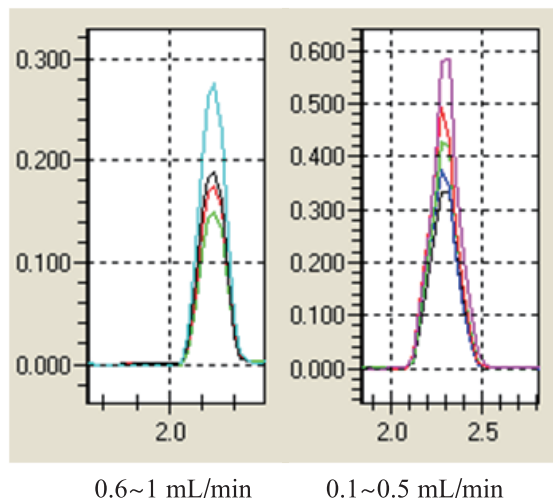


表 2 不同内气流速度下 40  $\mu\text{g/L}$  对应的吸光度值

内气流速度 (mL/min)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1
吸光度 (ABS)	0.5668	0.4876	0.4246	0.3503	0.3230	0.2694	0.2235	0.1898	0.1736	0.1448

从上述结果可知，40  $\mu\text{g/L}$  浓度的锌的响应值随内气流的增大而减小，根据朗伯 - 比尔定律的最佳吸光度的选择范围，结合标准曲线最高点为 50  $\mu\text{g/L}$ ，我们选择内气流速度为 0.4 mL/min。由于内气流调节会损失灵敏度，所以对低浓度点的测试不会满足朗伯 - 比尔定律的线性关系，此标准曲线的线性关系只能在一定范围内实现。

#### 2.4 样品测试结果

按上述优化条件对前处理好的样品进行测试，测试结果见表 3。

表3 样品测定结果

样品	浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD(%)	样品浓度( $\mu\text{g/L}$ )
平行样 1	19.22	1.76	19.69
平行样 2	20.17		

### 2.5 方法检出限及加标回收率

对 10  $\mu\text{g/L}$  进行 11 次测定，以 3SD 乘以 10 再除以 11 次吸收值的平均值得到方法检出限为 3.2  $\mu\text{g/L}$ 。由于内气流的影响，较低浓度的检测容易偏离朗伯-比尔定律，此时应采用更低内气流或配制低浓度标准曲线高灵敏方式测定。往该样品中分别加入 5  $\mu\text{g/L}$ 、10  $\mu\text{g/L}$ 、15  $\mu\text{g/L}$  的锌标准溶液按同样的方法进行前处理后上机测试其加标回收率结果如下：

表 4 样品加标回收率结果

样品	测量值( $\mu\text{g/L}$ )	加标量( $\mu\text{g/L}$ )	加标后测量值 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率(%)
河水	19.69	5	23.28	92.84
		10	28.52	94.06
		15	36.16	107.46

### ■ 结论

采用石墨炉原子吸收法测定河水中的锌含量，通过优化石墨管的内气流，可以测定较高浓度的样品，不需稀释，直接测定，方法简单、快速。结果表明，在 10 ~ 50  $\mu\text{g/L}$  范围内线性关系良好，相关系数  $r=0.9983$ ，方法检出限为 3.2  $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率在 92.84% ~ 107.46% 之间，能满足环境水中样品锌的测定。