

原子吸收分光光度法测定大气颗粒物中的铅

AAS-022

摘要：采用原子吸收分光光度计对居住区大气中的铅进行测定，通过乙酸纤维滤膜采集上海市闵行区环境空气中的颗粒物样品，经消解后制备成试样溶液，使用空气/乙炔火焰，标准曲线法定量，其回收率为 95.67-98.08%，能够满足日常环境空气中铅的测定。该方法具有灵敏度高，操作简便等优点。

关键词：原子吸收 环境 空气铅 滤膜

铅是一种严重危害人类健康的重金属元素，它可影响神经、造血、消化、泌尿、生殖和发育、心血管、内分泌、免疫、骨骼等各类器官，主要的靶器官是神经系统和造血系统。由于汽车尾气排放以及燃煤，使得大气中会存在一定的铅，故及时准确监控环境空气中铅含量是十分必要的。根据国家标准 GB/T 15264-94，采集空气中的颗粒物样品，并对其进行铅含量的测定。按《环境空气总悬浮颗粒物的测定重量法》(GB/T 15432) 步骤进行样品采集，用中流量采样器以 100 L/min 流量，采集滤膜样品 1000 m³，当铅浓度过低，可适当增加采样体积，采样时应详细记录采样条件。

实验部分

1.1 仪器配置

AA7000(岛津)
空气压缩机
乙炔气

1.2 实验条件

波长：283.3 nm 狭缝：0.7 nm
点灯方式：BGC-D₂ 燃气流量：2.0 L/min
助燃气流量：15 L/min 燃烧器高度：7 mm

1.3 试剂

硝酸：ρ(HNO₃)=1.42 g/ml，优级纯。

过氧化氢：ω(H₂O₂)=30%，优级纯。

氢氟酸：ω(HF)=40%，优级纯。

硝酸溶液：1+9。用硝酸配制。

硝酸溶液：1+1。用硝酸配制。

硝酸溶液：φ(HNO₃)= 1%。用硝酸配制。

硝酸 - 过氧化氢混合液：1+1。用硝酸和 30% 过氧化氢配制。

铅标准储备液：1000 mg/L。

1.4 样品前处理

硝酸 - 过氧化氢溶液浸出法取试样滤膜，置于高型烧杯中，加入 10 mL 硝酸 - 过氧化氢混合溶液浸泡 2 h 以上，

微火加热至沸腾，保持微沸 10 min，冷却后加入过氧化氢 10 mL，沸腾至微干，冷却，加硝酸溶液 2 mL，再沸腾 10 min，热溶液通过多孔玻璃过滤器，收集于烧杯中，用少量热硝酸溶液冲洗过滤器数次。待滤液冷却后，转移到 50 mL 容量瓶中，再用硝酸溶液稀释至标线，即为试料溶液。

实验结果

2.1 标准曲线

原子吸收分光光度法测定环境空气中的铅系列标准溶液：配制铅标准工作曲线溶液 (Pb: 0.00、0.50、1.00、2.00 mg/L)。

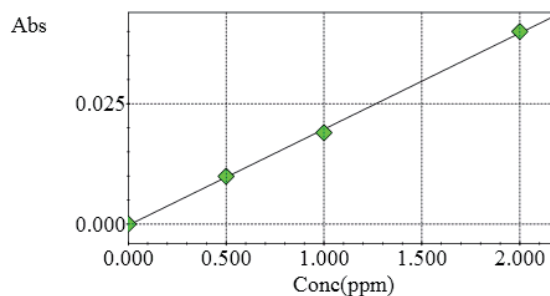


图 1 工作曲线图

在 0.00 ~ 2.00 mg/L 浓度范围内，浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 r=0.9996。

2.2 样品测定结果

分别收集 5 个不同工作日采集的样品，样品命名为 5#、10#、15#、20# 和 25#，分别测定试样中的铅含量，根据所测的吸光度值，由线性回归方程计算出试样和空白试样中铅的浓度，并由下式计算环境空气中铅的浓度 (μg/m³)。

$$\rho(\text{Pb}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50}{V_n \times 1000} \times \frac{S_i}{S_a}$$

式中：

$\rho(\text{Pb})$ – 环境空气中铅的浓度 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

ρ_1 – 试样中铅的浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$

ρ_0 – 空白试样中铅浓度的平均值, $\mu\text{g}/\text{L}$

50 – 试样溶液体积, mL

S_i – 样品滤膜总面积, cm^2

S_a – 测定时所取样品滤膜面积, cm^2

V_n – 标准状态 (101.325KPa, 273K) 下的采样体积, m^3

测定结果如下：

表 1 样品测定结果

样品名称	测定结果 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	RSD%
5#	0.080	1.56
10#	0.092	0.78
15#	0.108	0.64
20#	0.103	0.64
25#	0.151	2.77

2.3 检测限及加标回收实验

在选定条件下对空白样品测定 11 次, 根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率算得方法检测限为 0.11 mg/L 。以同样前处理方法测定值为本底并以 15 号样品进行加标回收率实验, 回收率数据如下表 2 所示：

表 2 样品回收率

样品名称	测定含量	加标量	测定总量 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	回收率 (%)
15#	0.108	0.100	0.201	96.63
			0.204	98.08
			0.199	95.67

■ 结论

采用岛津 AA7000 参照国家标准分析方法 (GB/T 15264-94), 对环境空气中铅的含量进行测定。其回收率为 95.67-98.08%, 能够满足日常环境空气中铅含量的测定要求。该方法具有灵敏度高, 操作简便等优点。