

石墨炉原子吸收法测定环境空气中的铅含量

AAS-033

摘要：本文参考国家环境保护标准 HJ 539-2009 及《空气废气监测分析方法第四版》采用石墨炉原子吸收法测定了环境空气中的铅含量，实验结果表明，仪器在 0 ~ 50 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内有良好的线性关系， $r=0.9993$ ，样品加标回收率在 95.3 ~ 104.2% 之间，该方法灵敏度高，结果良好，可以满足大气中铅含量的测试要求。

关键词：原子吸收 石墨炉 环境 空气铅

随着我国汽车保有量的不断增加，川流不息的汽车在城市、乡村给人们带来了很大的方便，但汽车运行时要烧汽油，而汽油是一种易燃易爆的燃料，为了防止它在发动机中爆炸，在汽油中必须加入一种防爆剂——一四乙基铅。这种有毒的铅化合物混入废气里，排放到空气中，使空气中含铅量猛增。据统计全世界每年通过汽车发动机排放到空气中的铅，大约有 40 万吨。近十年来，人类已把 430 万吨铅扩散到了空气中，使大气中的含铅量比原始状态增加了一万倍。现代人体中的含铅量比原始人高出 100 倍。铅和其化合物对人体各组织均有毒性，中毒途径可由呼吸道吸入其蒸气或粉尘，然后呼吸道中吞噬细胞将其迅速带至血液；或经消化道吸收，进入血循环而发生中毒。

实验部

在硝酸 - 盐酸介质中用微波消解仪消解样品，消解后的样品中所含汞全部转化为二价汞，二价汞在过量氯化锡的作用下被还原为金属汞。在搅拌子的搅拌下金属汞被气化，汞蒸气在泵的带动下在管路中循环，信号达到稳定后于 253.7 nm 下测其吸光度，汞的含量与吸光度成正比。

实验部分

1.1 仪器

AA-7000 (岛津)

1.2 实验条件

波长：283.3 nm

狭缝：0.7 nm

点灯方式：BGC-D2

灯电流：10 mA

表 1 石墨炉升温条件

温度	时间	加热方式	气体流量
150	20	RAMP	0.10
250	10	RAMP	0.10
800	10	RAMP	1.00
800	10	STEP	1.00
800	3	STEP	0.00
2400	2	STEP	0.00
2500	2	STEP	1.00

1.3 试剂

硝酸： $\rho(\text{HNO}_3)=1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

过氧化氢： $\omega(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ ，优级纯。

氢氟酸： $\omega(\text{HF})=40\%$ ，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： $\phi(\text{HNO}_3)=1\%$ 。用硝酸配制。

铅标准贮备液：1000 mg/L。

1.4 样品采集

采用中流量总悬浮颗粒采样器，以 80 L/min 流量，采集 10 m^3 空气。

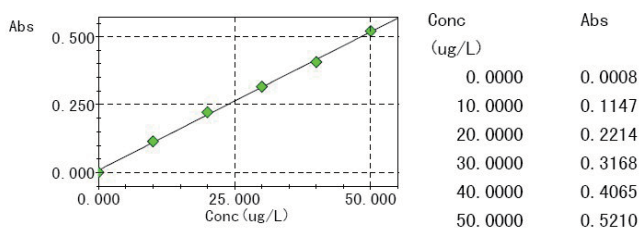
1.5 样品前处理

滤膜取下后剪成小块，置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 (1+1) 硝酸 - 过氧化氢混合液 10 mL 浸泡 2 h 以上，加热到微沸，保持 10 min，冷却，滴加 40% 氢氟酸 2 mL，加热蒸至近干，使氢氟酸挥发殆尽，冷却。加入 (1+9) 硝酸溶液 5 mL，加热使残渣溶解，冷却。将溶液转移至 50 mL 容量瓶中，用 1% 硝酸稀释至刻度。同时做样品空白。

实验部分

2.1 标准曲线

配制 0、10、20、30、40、50 μg/L 的铅标准溶液测试得到以下工作曲线：



Abs=0.010205Conc+0.0084048
r=0.9993

图 1 工作曲线图

在 0.00 ~ 50 μg/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=0.9993。

2.2 样品测定结果

空气中铅含量计算公式如下：

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

式中：

$\rho(\text{Pb})$ – 环境空气中铅的浓度 (μg/m³)

ρ_1 – 试样中铅的浓度，μg/L

ρ_0 – 空白试样中铅浓度的平均值，μg/L

50 – 试样溶液体积，mL

S_t – 样品滤膜总面积，cm²

S_a – 测定时所取样品滤膜面积，cm²

V_n – 标准状态 (101.325 KPa, 273 K) 下的采样体积 m³ 测定结果如下：

表 2 样品测定结果

样品名称	测定值 (μg/L)	空气铅含量 (μg/m ³)	RSD (%)
BLK	2.22	---	2.13
芦塘村东侧	15.85	0.068	1.99
芦塘村北侧	29.07	0.134	0.46

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 0.1 μg/L。以同样前处理方法样品进行加标回收率实验，回收率数据如下表 2 所示：

表 3 加标回收率

样品名称	测定含量 (μg/L)	加标量 (μg/L)	测定值 (μg/L)	回收率 (%)
芦塘村东侧	15.85	10	25.38	95.3
芦塘村北侧	29.07	10	39.49	104.2

结论

采用岛津 AA7000 石墨炉原子吸收法参照国家环境保护标准 HJ539-2009 及《空气废气监测分析方法第四版》，对环境空气中铅的含量进行测定。实验结果表明，在 0-50 μg/L 浓度范围内仪器有良好的线性关系，相关系数 r=0.9993，样品加标回收率为 95.3 ~ 104.2%，该方法测试灵敏度高，可以满足环境空气中铅含量的测试要求。