

火焰原子吸收法测定固定污染源废气中的铅含量

AAS-039

摘要：本文参考“十二五”环境《固定污染源废气铅的测定火焰原子吸收分光光度法》标准，测定了飞灰样品中的铅的含量。实验结果表明，在 0.0 ~ 10.0 mg/L 范围内线性关系良好，相关系数 $r=0.9999$ ，方法检出限为 0.016 mg/L，加标回收率为 93.0%，该方法可准确快速的测定固定污染源废气样品中的铅含量。

关键词：环境固定污染源废气铅

铅污染主要来源于采矿、冶炼、锡焊、含铅汽油的燃烧、含铅产品的生产等过程。

铅是可在人体和动物组织中蓄积的有毒金属，通过呼吸道、消化道进入人体，损害人体的血液系统、消化系统，对儿童危害更大，主要毒性效应是导致贫血症、神经机能失调和肾损伤。铅的慢性长期健康效应表现为：影响大脑和神经系统。

本文参照最新“十二五”《固定污染源废气铅的测定火焰原子吸收分光光度法》环境标准，对飞灰标准样品和采样用石英滤筒进行湿法消解，火焰原子吸收测定的方法，模拟固定污染源废气的样品，检测铅的含量。该方法操作简便，满足固定污染源废气中铅的分析要求。

实验部分

1.1 仪器

AA-7000(岛津)

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用 30% 硝酸溶液浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 、 H_2O_2 等试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件和参数

配制 Pb 的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 中的仪器工作条件进行测定。

表 1 仪器工作条件

元素	Pb
测定波长	283.3 nm
狭缝宽度	0.7 nm
灯电流	10 mA
电灯方式	BGC-D2
燃气流量	2.0 L/min
助燃气流量	15 L/min

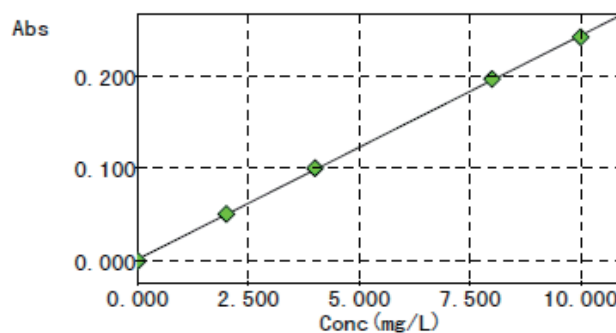
铅 1.4 样品的前处理

采用石英滤筒，以铅含量已知 (1149 mg/kg) 的飞灰样品为模拟废气样品开展试验。将滤筒剪碎，用少量水润湿，放入 250 mL 锥形瓶中，加入飞灰样品 0.2 g，加入 50 mL(1+1) 硝酸，15 mL 过氧化氢，在电热板上 150℃ 煮沸 2 小时，冷却后抽滤，并洗涤滤渣。合并滤液和洗涤液，在电热板上 200℃ 下加热至近干，用 1% HNO_3 溶解残渣，定容至 100 mL。同法制备样品空白溶液。

结果与讨论

2.1 线性方程和检出限

配制 0.0, 1.0, 2.0, 4.0, 8.0 和 10.0 mg/L 铅的标准溶液，得到元素铅的工作曲线，如图 1。



$$\text{Abs} = 0.024270 \text{Conc} + 0.0014023$$

$$r = 0.9999$$

图 1 铅的标准曲线

在 0.0 ~ 10.0 mg/L 浓度范围内，铅的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9999$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铅的方法检出限分别为：0.016 mg/L。

2.2 样品测定结果

称取 2 份飞灰标准样品，与滤筒同进行湿法消解后测试。其结果见表 2。

表 2 飞灰样品铅元素分析结果

样品号	称样量(g)	溶液测定值 (mg/L)	样品含量 (mg/Kg)	平均值 (mg/Kg)	标准值 (mg/Kg)	RSD (%)
1#	0.2024	2.32	1146.1	1149.2	1149	2.12
2#	0.2025	2.33	1152.2			0.78

结实验数据表明，该实验平行性良好。

2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理，以两个平行样的平均值作为加标前的数值，进行了加标回收率实验，其结果见表 3。

表 3 飞灰标准样品回收试验结果

元素	加标前 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后 (mg/L)	回收率(%)
Pb	2.33	2	4.1861	93.0

结论

本方法采用湿法消解，使用火焰原子吸收分光光度法测定飞灰标准样品中的铅含量，测定结果值与标准值吻合。该方法操作简便，完全满足固定污染源废气中铅的分析要求。