

原子吸收法测定空气细颗粒物中的重金属元素

AAS-057

摘要：参考 GB/T 11739 方法标准，使用火焰和石墨炉原子吸收法分别测定了质控标样 GBW(E) 080212 和空气细颗粒物中铅、镉和砷的含量。实验结果表明，铅、镉和砷线性关系良好，质控滤膜测定结果与标定值吻合，空白样品加标回收率在 88.9%~92.4% 之间。该方法方便可靠，适合测定空气中细颗粒物的重金属元素。

关键词：环境 空气 污染 细颗粒物 滤膜 PM_{2.5}

空气中的颗粒物里，粒径小于 2.5 微米的细粒子，被称为细颗粒物（俗称为 PM_{2.5}）。2011 年 11 月，《环境空气质量标准》将 PM_{2.5} 纳入常规空气质量评价，PM_{2.5} 年和 24 小时平均浓度限值被定为分别定为每立方米 0.035 毫克和每立方米 0.075 毫克。细颗粒物中，铅、锰、镉、锑、砷、镍、硫酸盐、多环芳烃等含量较高，有害物质且在大气中的停留时间长、输送距离远，因而对人体健康和大气环境质量的影响更大。细颗粒物

被吸入人体后会直接深入到肺部的气体交换器官，干扰肺部的气体交换，引发包括哮喘、支气管炎和心血管病等方面的疾病。对人健康危害极大。对于 PM_{2.5} 的重金属进行检测，一方面可以了解其有毒重金属的含量，有针对性的对可能对健康造成的危害进行防治。本文参考 GB/T 11739 方法标准使用火焰和石墨炉原子吸收法分别测定了质控滤膜 GBW(E) 080212 和 PM_{2.5} 样品中的铅、镉和砷的含量。

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（30% 硝酸浸泡 24 小时）；实验所用酸均为电子纯试剂，实验用水为超纯水

离子水。质控滤膜标准品 GBW(E) 080212（中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所）

1.3 仪器条件和参数

配置铅、镉和砷的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 和表 2 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Pb	283.3	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	10	2.00	15.0
Cd	228.8	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	8	1.80	15.0

表 2 石墨炉法工作条件

元素	波长 (nm)	石墨管类型	点灯方式	灰化		原子化	
				温度(°C)	时间(s)	温度(°C)	时间(s)
As	193.7	热解石墨管	BGC-D ₂	600	23	2200	2

注：加入 10 μL 100 ug/mL 的硝酸钡作基体改进剂

1.4 样品采集与保存

将 Waterman 公司直径 90 mm 孔径 0.45 μm 石英滤膜恒温干燥 24 小时，密封保存。在建筑物顶层，使用中流量颗粒采样器及相应切割器以 0.1 m³/min 的流量采气 288 m³(48 h)，收集细颗粒物样品。

大气压和温度数据用采样器记录均值。采样完成后，密封干燥保存。测定前滤膜干燥恒温 24 小时，称重并记录。

1.5 样品的前处理

分别将细颗粒物采样滤膜和质控滤膜 GBW(E) 080212 置于 50 mL 刻度离心管底部，加入 5% 硝酸溶液 20 mL 浸没截取的滤膜，拧紧离心管的螺旋盖，于通风橱里 70 °C 水浴超声浸提 3 h。浸提后取出放至室温，浸提液用 0.45 μm 滤膜过滤，向离心管中加入少量去离子水清洗内壁并过滤，合并滤液转移至 50 mL 容量瓶中，以去离子水定容，振荡混匀，备用。同时取未采样滤膜制备样品空白，并另取空白滤膜做加标回收实验。采样滤膜和空白滤膜稀释 40 倍后用石墨炉原子吸收法测定砷元素；空白滤膜加标溶液稀释 10 倍后测定砷元素。

结果与讨论

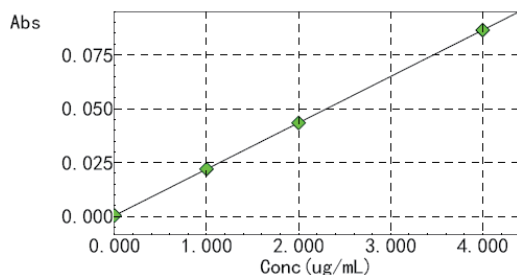
2.1 标准曲线及方程式

配制铅和镉浓度混合标准溶液各 50 mL，使用火焰法原子吸收仪测定；配制 20 μg/L 砷标准溶液，利用自动进样器自动稀释功能制备系列标准溶液，用石墨炉原子吸收仪测定。标准系列见表 3。

表 3 标准曲线浓度

元素	仪器方法	标准曲线浓度			
Pb	火焰法 (mg/L)	0.00	1.00	2.00	4.00
Cd	火焰法 (mg/L)	0.00	0.10	0.20	0.40
As	石墨炉法 (μg/L)	0.00	4.00	12.0	20.0

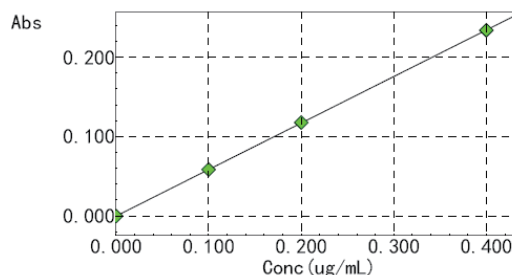
测得标准曲线如下：



$$\text{Abs} = 0.021517\text{Conc} + 0.00042000$$

$$r = 1.0000$$

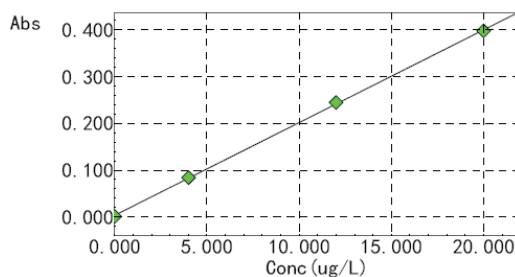
图 1 铅元素的标准曲线



$$\text{Abs} = 0.58606\text{Conc} - 0.00026000$$

$$r = 1.0000$$

图 2 镉元素的标准曲线



$$\text{Abs} = 0.019843\text{Conc} + 0.0033898$$

$$r = 0.9999$$

图 3 砷元素的标准曲线

2.2 仪器检出限

对空白标准溶液进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差除以斜率所对应的浓度即为检出限，其结果见表 2。

表 2 各元素的检出限

元素名称	Pb	Cd	As
检出限($\mu\text{g/mL}$)	0.027	0.0025	0.0002

Pb、Cd: 火焰法; As: 石墨炉法

2.3 PM_{2.5} 样品和滤膜标准品测定结果及给定值

按实验方法对 GBW(E) 080212 滤膜样品和 PM_{2.5} 样品进行分析，分析结果见表 3 和表 4。

表 3 GBW(E) 080212 测定结果及标准值

元素名称	Pb	Cd
测定结果($\mu\text{g}/\text{张}$)	14.36	16.75
GBW(E) 080212 标准值($\mu\text{g}/\text{张}$)	14.5 \pm 0.8	17.7 \pm 1.0
RSD(%)	1.06	0.11

表 4 PM_{2.5} 样品分析结果

元素名称	Pb	Cd	As
测定浓度($\mu\text{g/mL}$)	3.36	0.06	0.50
样品含量($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	0.58	0.011	0.086
RSD(%)	0.19	0.63	1.05

2.4 加标回收率

按实验方法处理空白滤膜，并另作滤膜加标实验。回收率结果见表 5。

表 5 空白加标回收率(%)

元素名称	加标量($\mu\text{g/mL}$)	加标后测定值($\mu\text{g/mL}$)	加标回收率(%)	RSD(%)
Pb	1.0	0.92	92.4	0.70
Cd	0.10	0.091	90.6	0.28
As	0.10	0.089	88.9	1.10

结论

本文参考 GB/T 11739 方法标准，使用火焰和石墨炉原子吸收法分别测定了质控滤膜 GBW(E) 080212 和 PM_{2.5} 样品中铅、镉和砷的含量。实验结果表明，各元素线性关系良好，质控滤膜测定结果与标定值吻合。该方法操作简便，适合测定空气中细颗粒物的重金属元素。