

# Application News

## No. A479

光吸收分析  
Spectrophotometric Analysis

### 使用螯合树脂固相萃取火焰法测定模拟海水和精白米中重金属镉、铅的含量

Measurement of Cadmium (Cd) and Lead (Pb) in Sea Water and Rice with Chelating Polymer Solid Phase Extraction Technique by Flame AA

#### ■ 前言

Introduction

2013年日本修订的工厂排水试验方法(JIS K 0102)中将螯合树脂固相萃取法作为Cu、Zn、Pb、Cd、Fe、Ni、Co的新预处理方法。通过进行该处理,能够在干扰成分的钠、钾、镁、钙中对测定元素进行分离富集。虽然以往的溶剂萃取法也可分离富集测定元素,但使用螯合树脂的固相萃取法不仅可以减少溶剂的使用量,降低环境的污染、还简便了操作。

本文介绍使用市售的螯合树脂柱,对模拟海水和精白米的消解液中的Cd和Pb进行固相萃取,并通过AA-7000火焰法进行测定的方法。

#### ■ 预处理

Sample Preparation

将模拟海水直接作为样品原液,将精白米2g放入烧杯,添加硝酸和高氯酸,在加热板上进行加热分解。冷却后过滤,取100 mL的滤液作为样品原液。

先对100 mL的样品原液进行pH调节(约pH 5.6),再用已经调整的螯合树脂进行过滤,萃取测定元素。本次分析使用的螯合树脂只萃取pH 5.6附近的Cd和Pb,并不萃取Na、K、Mg和Ca等元素。用纯水清洗螯合树脂后,再注入3 mol/L硝酸溶液5 mL,洗脱萃取的元素,并将稀释至10 mL的溶液作为测定溶液。图1和图2分别为螯合树脂的预处理和样品溶液的萃取流程。萃取元素的pH依赖性、使用试剂的类型及浓度会根据使用的螯合树脂而有所不同,请根据需要,参考产品的说明书进行处理。

为检查萃取是否理想,在处理前向样品溶液中添加标准溶液,并且进行同样的处理,将其作为添加回收试验溶液。添加浓度为:

模拟海水 镉 0.01 mg/L、铅 0.1 mg/L;

精白米 镉 0.2 mg/kg、铅 2 mg/kg。

注入丙酮5 mL  
↓  
注入3 mol/L硝酸10 mL  
↓  
注入纯水20 mL  
↓  
注入0.1 mol/L醋酸铵10 mL

图1 螯合树脂的调整流程  
Conditioning of Chelating Cartridge

注入已实施过pH调节的样品溶液100 mL  
↓  
注入(清洗)纯水20 mL  
↓  
注入(洗脱)3 mol/L硝酸5 mL  
↓  
用纯水量筒稀释至10 mL  
↓  
使用火焰原子吸收光谱仪进行分析

图2 使用螯合树脂萃取样品溶液的处理流程  
Chemical Separation of Sample Solution with Chelating Cartridge

#### ■ 测定方法及条件

Analytical Method and Conditions

本次分析采用标准曲线法进行测定。稀释市售的原子吸光用标准溶液配制成需要的标准溶液。

表1为仪器主要测定条件。

表1 仪器主要测定条件  
Instrument Measurement Parameters

	Cd	Pb
分析波长	228.8 nm	283.3 nm
狭缝宽度	0.7 nm	
亮灯模式	BGC-D2	
火焰类型	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	

## ■ 测定结果和总结

Results and Conclusion

图3和图4分别为Cd和Pb的标准曲线。配制标准溶液，添加硝酸，使浓度与测定样品相同。

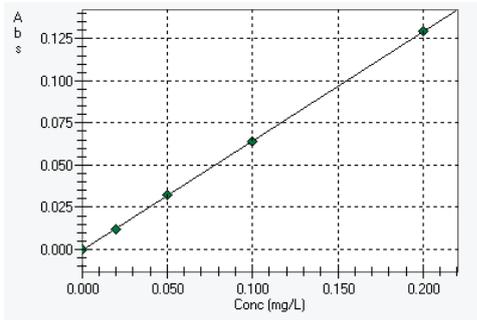


图3 Cd的标准曲线  
Cd Calibration Curve

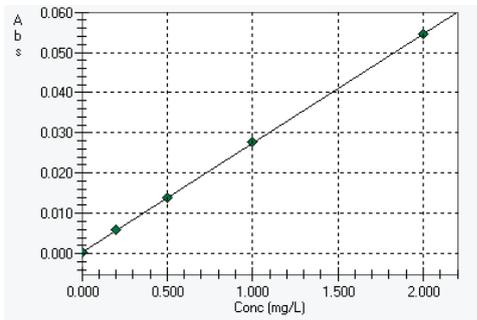


图4 Pb的标准曲线  
Pb Calibration Curve

### ① 模拟海水的测定结果

表2为原来模拟海水和萃取液中Na和Mg的浓度。由表2可知，萃取液中Na和Mg的浓度均为原来模拟海水的1/1000以下，说明有效地去除了干扰成分。

表3为Cd和Pb的测定结果。由此可知，即使是火焰法也能够将元素定量至低浓度，并且添加回收率达到95%以上，说明结果良好。图5为积分时的吸光度。

表2 萃取前后的模拟海水中Na和Mg的浓度  
Na and Mg Concentrations in Original Sea Water and Extracted Sea Water

元素	原液	萃取液
Na	10000 mg/L	2 mg/L
Mg	1300 mg/L	0.6 mg/L

表3 模拟海水中Cd和Pb的测定结果  
Measurement Results for Cd and Pb in Sea Water

元素	Cd	Pb
模拟海水	0.0017 mg/L	<0.02 mg/L
添加回收率	98 %	95 %
定量下限 <sup>(*)</sup>	0.0007 mg/L	0.02 mg/L

(\*) 定量下限为对100 mL的海水进行螯合树脂固相萃取处理，取10 mL的样品进行测定时，将吸光度作为0.004的海水浓度。

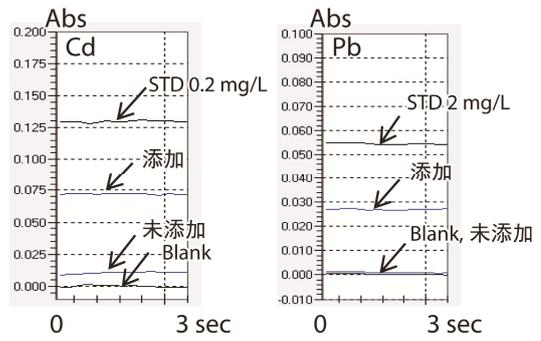


图5 积分时的信号（模拟海水）  
Signals from Cd and Pb in Sea Water and Standard Solutions

### ② 精白米的测定结果

表4为精白米的测定结果，可知添加回收率良好。元素镉的定量分析结果可达到0.4 mg/kg（日本标准）的十分之一以下。

图6为积分时的吸光度。

表4 精白米中Cd及Pb的测定结果  
Measurement Results for Cd and Pb in Polished Rice

元素	Cd	Pb
精白米	0.03 mg/kg	<0.4 mg/kg
添加回收率	95 %	98 %
定量下限 <sup>(*)</sup>	0.03 mg/kg	0.8 mg/kg

(\*) 定量下限为对精白米2 g进行分解处理后，再进行螯合树脂固相萃取，取10 mL的样品进行测定时，将吸光度作为0.004的精白米浓度。

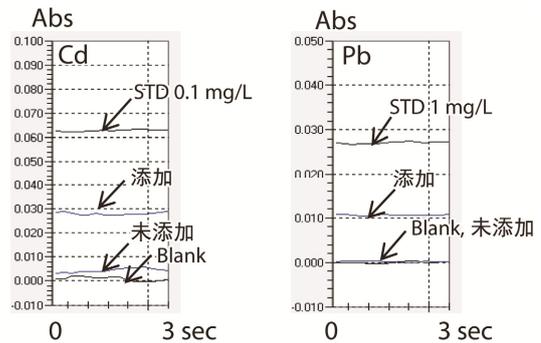


图6 积分时的信号（精白米）  
Signals from Cd and Pb in Polished Rice and Standard Solutions

采用螯合树脂的固相萃取法作为预处理法，能够通过简单的操作来去除干扰成分并富集测定元素，从而进行高灵敏度分析。另外，因为处理液为硝酸水溶液，所以不仅可用于火焰原子吸收光谱法，还能够用于石墨炉原子吸收光谱法、ICP发射光谱法以及ICP质谱法。

AA-7000系列产品种类丰富，不仅有火焰法、石墨炉法的专用机型，还有可自动切换两种原子化法的类型，能够满足您的多种需求。