

石墨炉原子吸收法测定珠江水中的镍、铬和锰的含量

AAS-016

摘要：采用石墨炉原子吸收法测定珠江水中的 Ni, Cr, Mn 的含量，用浓硝酸湿法消解珠江水样，实验结果表明，样品浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数均大于 0.9990，各个元素检测限均低于 2.48 $\mu\text{g/L}$ (国标 GB 3838-2002 要求)，加标回收率为 96%~110%。该方法具有灵敏度高，操作简单等优点，可满足环境水和地表水中 Ni, Cr, Mn 含量的检测。

关键词：石墨炉 珠江水 镍 铬 锰

镍作为一种具有生物学作用的元素，能激活或抑制一系列的酶，而发生其毒性作用，动物实验和人群观察已证明：镍具有积存作用，在肾、脾、肝中积存最多，可诱发鼻咽癌和肺癌。六价铬具有致癌并诱发基因突变的作用，美国环保局（EPA）将六价铬确定为 17 种高度危险的毒性物质之一。锰作为一种古老的职业危害因素和环境污染物，特别是很多国家已经陆续使用甲基环戊二烯三羰基锰（MMT）替代四乙基铅作为汽油的抗爆剂以来，大量的锰正以前所未有的速度扩散到环境中，因此，锰含量的控制和检测值得深入研究。我国地表水环境质量标准 GB 3838-2002 中规定集中式生活饮用水地表水源地特定项目分析方法中第 76 项规定 Ni 的检测方法为无火焰原子吸收分光光度法，检出限为 2.48 $\mu\text{g/L}$ ；国标 GB 7467-87 中规定，二苯碳酰二肼分光光度法检测六价铬 Cr 的最低检出限为 4 $\mu\text{g/L}$ ；GB 11911-89 中规定，火焰原子吸收分光光度法检测 Mn，最低检出限为 10 $\mu\text{g/L}$ 。本文参考了以上方法，采用石墨炉原子吸收法测试了环境水样（珠江水）中的镍，铬，锰的含量，检出限分别为 0.22 $\mu\text{g/L}$ ，0.1 $\mu\text{g/L}$ ，0.07 $\mu\text{g/L}$ 。该方法具有灵敏度高，操作简单等优点。对水体中低含量金属元素的检测取得了满意的效果。

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；实验所用硝酸为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

在不同地方（样品 1：取自中大码头；样品 2：取自天字码头）各取珠江水 500 mL，立即用硝酸酸化，待用。取 25 mL 酸化后的珠江水两份，分别加入 5 mL 优级纯浓硝酸消化，蒸发至近干，冷却至室温，用 1% HNO_3 定容至 25 mL，待测。同法制备空白溶液及回收率实验。

结果与讨论

2.1 仪器工作参数

狭缝宽 0.7 nm，点灯方式 BGC-D2，灯电流 12 mA，石墨炉升温程序见表 1

表 1 Ni元素石墨炉升温程序

	温度 (°C)	时间 (s)	加热方式	灵敏度	气体流量 (L/min)
1	150	20	RAMP	REGULAR	0.1
2	250	10	RAMP	REGULAR	0.1
3	600	10	RAMP	REGULAR	1
4	800	10	STEP	REGULAR	1
5	800	3	STEP	HIGH	0
6	2350	2	STEP	HIGH	0
7	2500	2	STEP	REGULAR	1

表 2 Cr元素石墨炉升温程序

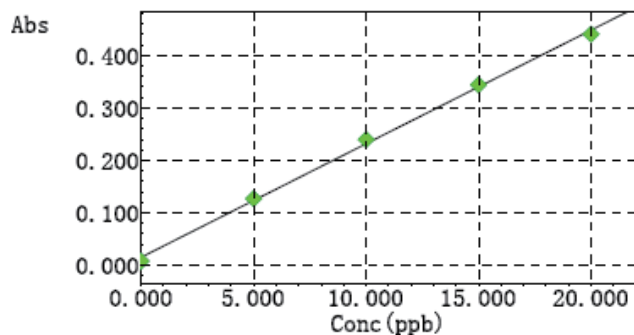
	温度 (°C)	时间 (s)	加热方式	灵敏度	气体流量 (L/min)
1	150	20	RAMP	REGULAR	0.1
2	250	10	RAMP	REGULAR	0.1
3	800	10	RAMP	REGULAR	1
4	800	10	STEP	REGULAR	1
5	800	3	STEP	HIGH	0
6	2300	2	STEP	HIGH	0
7	2500	2	STEP	REGULAR	1

表 3 Mn元素石墨炉升温程序

	温度 (°C)	时间 (s)	加热方式	灵敏度	气体流量 (L/min)
1	150	20	RAMP	REGULAR	0.1
2	250	10	RAMP	REGULAR	0.1
3	800	10	RAMP	REGULAR	1
4	800	10	STEP	REGULAR	1
5	800	3	STEP	HIGH	0
6	2200	2	STEP	HIGH	0
7	2500	2	STEP	REGULAR	1

2.2 标准曲线的制作

镍元素在 0.00~20.00 $\mu\text{g/L}$ 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 $r=0.9992$ 。总进样体积为 20.00 μL ，得到工作曲线如图 1：

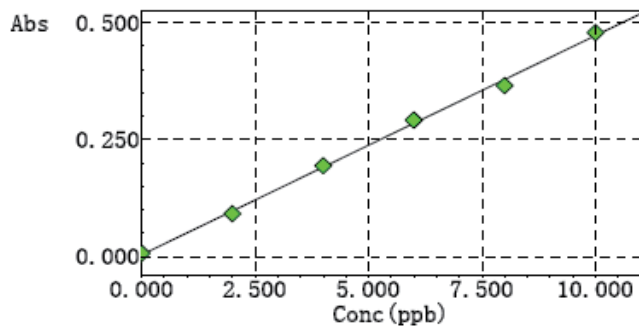


$$\text{Abs}=0.021658\text{Conc}+0.014960$$

$$r=0.9992$$

图 1 Ni标准曲线图

Cr 元素在 0.00 ~ 10.00 $\mu\text{g/L}$ 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 $r=0.9990$ 。总进样体积为 20.00 μL ，得到工作曲线如图 2：

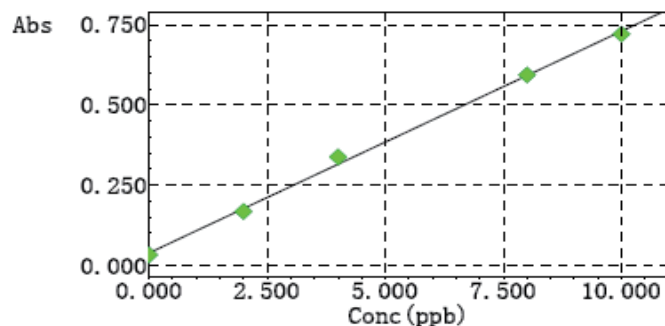


$$\text{Abs}=0.046866\text{Conc}+0.0036381$$

$$r=0.9990$$

图 2 Cr标准曲线图

Mn 元素在 0.00 ~ 10.00 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 $r=0.9990$ 。总进样体积为 20.00 μL，得到工作曲线如图 3：



$$\text{Abs} = 0.069076\text{Conc} + 0.038774$$

$$r = 0.9990$$

图3 Mn标准曲线图

2.3 精密度实验测定结果

两个样品平行测定 8 次，精密度见表 2。

表2 样品精密度测定结果

编号	测定结果								RSD (%)
	(μg/L)								
样品 1	4.05	3.99	3.90	3.91	4.00	3.81	3.93	4.01	1.92
样品 2	3.02	3.03	3.02	2.93	3.00	3.03	3.04	3.13	1.79

2.4 加标回收率实验及方法的检出限

取 2 份样品 1，分别加入 Ni 标准溶液 (25 μg/L) 4mL，Cr 标准溶液 (25 μg/L) 4 mL，按 1.3 方法操作前处理，平行测定 6 次；鉴于水质中 Mn 含量较高，故另取一份样品 1，将其稀释 5 倍后，加入 Mn 标准溶液 (25 μg/L) 4 mL，按 1.3 方法操作前处理，平行测定 6 次，结果见表 3。回收率为 96% ~ 110%，相对标准偏差分别为 2.32%，2.25% 和 2.05%。

表3 回收率实验结果

元素	样品本底值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	RSD (%)
Ni	3.97	4	8.30	8.29	108.25	2.32
			8.14		104.25	
			8.40		110.75	
			8.22		106.25	
			8.27		107.50	
			8.39		110.50	
			9.98		104.25	
Cr	5.81	4	10.20	10.01	109.75	2.25
			10.13		108.00	
			9.78		99.25	
			10.10		107.25	
			9.88		101.75	
			10.47		109.25	
Mn	6.03	4	10.02	10.07	99.75	2.05
			9.88		96.25	
			9.97		98.50	
			9.87		96.00	
			10.20		104.25	

对1号样品空白进行11的检测,计算其标准偏差,以3倍的标准偏差除以标准曲线斜率得到该方法对Ni的检出限为 $0.22\ \mu\text{g/L}$, Cr的检出限为 $0.10\ \mu\text{g/L}$, Mn的检出限为 $0.07\ \mu\text{g/L}$ 。

结论

本文采用浓硝酸湿法消解水样,直接使用石墨炉原子吸收法测定珠江水样中的镍、铬和锰的含量,实验表明在 $0.00\sim 10.00\ \mu\text{g/L}$ 范围内,样品浓度与吸光度有着良好的线性关系,相关系数 r 均大于 0.998 , Ni, Cr, Mn的检测限分别为 $0.22\ \mu\text{g/L}$, $0.10\ \mu\text{g/L}$, $0.07\ \mu\text{g/L}$ 。加标回收率都在 $96\%\sim 110\%$ 范围内。该方法具有灵敏度高,操作简单等优点,可快速检测出环境水及地表水中的镍,铬和锰的含量。