

# 石墨炉原子吸收法测定废水中铅和镉的含量

AAS-020

**摘要：**采用酸化消解法消解废水样品，使用石墨炉原子吸收法进行铅和镉的含量测定。实验结果表明，测定过程添加硝酸钼作为基体改进剂，该方法铅的回收率为 105.8%，镉的回收率为 107.0%，线性相关系数达到 0.9999，相对标准偏差小于 2.03%，操作简便，完全能满足环境分析的要求。

**关键词：**环境 废水 铅 镉 酸化消解 石墨炉

金属元素与人体健康密切相关，大部分的重金属元素对人体有害。铅和镉是废水中经常会存在、危害较大的污染物。铅进入人体，会损害人体的血液循环系统，尤其会损伤大脑，对发育中的儿童更加危险；镉进入人体，会损害肾脏，并导致骨质疏松，“痛痛病”就是一种

典型的慢性镉中毒的结果。所以铅和镉是我国实施排放总量控制的重要指标之一。石墨炉原子吸收分光光度法采用非火焰原子化系统，其原子化效率高，灵敏度高，可以测定样品中含量较低铅和镉元素。

## 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硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO<sub>3</sub>、HCl 试剂优级纯试剂，硝酸钼为分析纯，用超纯水配制成 30 mg/L 的硝酸钼溶液，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制 Pb 和 Cd 的标准溶液。添加 10 μL 的 30 mg/L 的硝酸钼为基体改进剂。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	10	150	20	800	10	2000	3	2400	2
Cd	228.8	0.7	8	150	20	600	10	1500	2	2400	2

#### 1.4 样品的前处理

移取 5 mL 废水置于烧杯中，加入 5.0 mL HNO<sub>3</sub>，加热消解 5 ~ 10 分钟后，在垫有石棉板的电热板上低温蒸干，加入 HNO<sub>3</sub> (1+1) 1 mL 溶解残渣，去离子水定容于 50 mL 容量瓶中，摇匀后测 Cd，稀释 10 倍测 Pb；并按上述手续操作，制备试剂空白溶液。

### 结果讨论

#### 2.1 线性方程和检出限

20 μL 进样量，对铅工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：

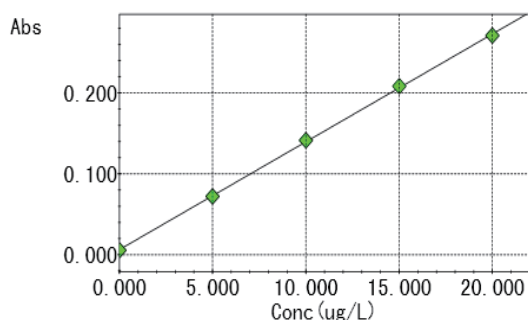


图1 铅的标准曲线

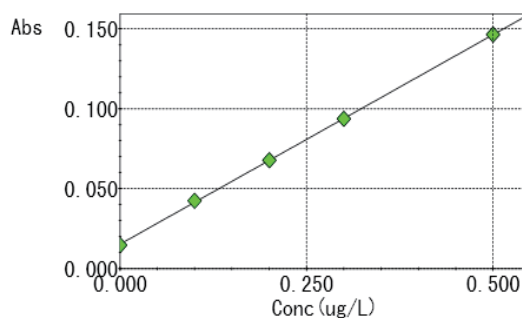


图2 镉的标准曲线

铅的相关系数为  $r=0.9999$ ，镉的相关系数为  $r=0.9999$ 。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检出限，铅的检出限为 0.225 μg/L。镉的检出限为 0.011 μg/L

#### 2.2 样品测定结果

铅和镉的各两个平行样，其结果见表 2 和表 3。

表2 废水中铅的分析结果

元素	样品名称	测定值 (μg/L)	平均值 (μg/L)	标准值 (mg/L)	RSD (%)
Pb	1#	13.56	13.22	1.36	2.03
	2#	12.86		1.29	0.36

表3 废水中镉的分析结果

元素	样品名称	测定值 (μg/L)	平均值 (μg/L)	标准值 (μg/L)	RSD (%)
Cd	1#	0.1582	0.1571	1.5820	1.12
	2#	0.1559		1.5590	1.01

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 2 次平行数据的平均值作为加标前的数值，进行加标回收率实验，其结果见表 4 和表 5。

表 4 铅的回收试验结果

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Pb	13.22	5.0	18.87	105.8

表 5 镉的回收试验结果

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Cd	0.1571	0.10	0.2641	107.0

## ■ 结论

本方法采用酸化消解废水样品，以硝酸钼为基体改进剂，用石墨炉原子吸收分光光度法测定废水样品中的铅和镉，该方法具有分析速度快、测定结果的精确度和精密度高、节省人力等特点，测定误差均在允许范围内。