

石墨炉原子吸收光谱法测定无锡地下水中的铅·镉·铜·铍

刘欢欢, 靳丹萍, 赵杰 (苏州国环环境检测有限公司, 江苏苏州 215000)

摘要 [目的]探究无锡市地下水中铅、镉、铜和铍的浓度。[方法]用石墨炉原子吸收光谱法测定4个水质标准物质[铅:GSB 07-1183-2000(201226);镉:GSB 07-1185-2000(201424);铜:GSB 07-1182-2000(201123);铍:GSB 07-1178-2000(204605)]和12个地下水样品(样品1~12)的铅、镉、铜和铍浓度。[结果]标准样品的测定结果表明,该仪器的精密度和准确度均符合要求,可以用来测定地下水中的铅、镉、铜和铍浓度。抽取的12个样品的测定结果表明,无锡市地下水中铅、镉、铜和铍的浓度均符合要求,未受到污染。[结论]该方法的检出限、精密度、准确度和样品的回收率均能满足地下水的检测要求。

关键词 石墨炉原子吸收光谱法;地下水;铅;镉;铜;铍

中图分类号 X523 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2017)06-0058-03

Determination of Lead, Cadmium, Copper and Beryllium in Wuxi Groundwater by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

LIU Huan-huan, JIN Dan-ping, ZHAO Jie (Suzhou Guohuan Environment Detection Co., Ltd., Suzhou, Jiangsu 215000)

Abstract [Objective] The content of lead, cadmium, copper and beryllium in Wuxi groundwater was explored. [Method] The precision, accuracy and recovery of four standard substances [lead:GSB 07-1183-2000(201226); cadmium:GSB 07-1185-2000(201424); copper:GSB 07-1182-2000(201123)]; beryllium:GSB 07-1178-2000(204605)]; and twelve samples (sample 1-12) were determined by graphite furnace atomic absorption spectrometry. [Result] The measurement results of four standard samples showed that the accuracy and precision of the instrument meet the requirements. It can be used for determining the content of lead, cadmium, copper and beryllium in groundwater. The measurement results of the twelve samples showed that the contents of lead, cadmium, copper and beryllium were agreed well with the requirements. It was indicated that the groundwater of Wuxi was not polluted by lead, cadmium, copper and beryllium. [Conclusion] The detection results of all samples were agreed well with the standard value of the groundwater.

Key words Graphite furnace atomic absorption spectrometry; Groundwater; Lead; Cadmium; Copper; Beryllium

近年来,随着现代工业的快速发展,环境污染问题越来越突出,其中以重金属污染尤为严重。技术的发展加快了人们对重金属的开采和利用力度,但同时有很多重金属被释放到环境中,破坏了地下水的水质,对人们的身心健康构成威胁^[1-3]。其中,铅可以作用于人体各个系统和器官,损害神经系统、造血系统、血管和消化系统,引起神经系统和血液系统病变,并在骨中积累^[4]。镉被人体吸收后,会对肾脏造成严重损害,并可代替骨骼中的钙,使骨骼变得松软,摄入或吸入过量的镉可引起肾、肺、肝、骨、生殖效应,镉也是一种致癌物^[5-7]。铜对人体的危害主要表现在铜盐能强烈地刺激胃、肠和呼吸道黏膜,接触铜还可能损伤肝、肾及神经系统^[8]。铍及其化合物毒性极强,即使是极少量也会由于局部刺激而伤害皮肤、黏膜,使结膜、角膜发生炎症,引起肺气肿、肺炎等^[9]。目前,测定水中铜、铅、镉的方法有原子吸收法、阳极溶出伏安法、示波极谱法等^[10];测定水中铍含量的方法有分光光度法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、离子体质谱法(ICP-MS)^[11-12]。而石墨炉原子吸收分光光度法测定铜、铅、镉和铍浓度,具有样品用量少、简便、快速、灵敏度高的特点。笔者采用石墨炉原子吸收分光光度法测定了4个水质标准物质和12个地下水样品中的铜、铅、镉、铍浓度,研究该方法的精密度和准确度,旨在为地下水环境质量评价提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 仪器 石墨炉全自动原子吸收分光光度计:AA-6800

作者简介 刘欢欢(1987—),女,江苏连云港人,硕士,从事光谱分析研究。

收稿日期 2016-12-20

型,岛津国际贸易(上海)有限公司;铅、镉、铜、铍编码空心阴极灯:北京有色金属研究总院;所有玻璃器具每次使用前在20%盐酸溶液中浸泡24h以上,自来水冲净后,再进行2次蒸馏水清洗。

1.2 试剂 供试试剂均为分析纯或优级纯,所用水为Millipore超纯水。铅标准储备液:1 000 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心,GSB 04-1742-2004,166009-2,有效期:2016年6月至2018年6月。铅标准使用液:取10 mL 1 000 μg/mL铅标准储备液逐级稀释至1.00 mg/L,供配制铅标准系列溶液使用。镉标准储备液:1 000 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心,GSB 04-1721-2004,166004-1,有效期:2016年6月至2018年6月。镉标准使用液:取10 mL 1 000 μg/mL镉标准储备液逐级稀释至100 μg/L,供配制镉标准系列溶液使用。铜标准储备液:1 000 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心,GSB 04-1725-2004,166020-1,有效期:2016年6月至2018年6月。铜标准使用液:取10 mL 1 000 μg/mL铜标准储备液逐级稀释至1.00 mg/L,供配制铜标准系列溶液使用。铍标准储备液:1 000 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心,GSB 04-1718-2004,164059-1,有效期:2016年5月至2018年5月。铍标准使用液:取10 mL 1 000 μg/mL铍标准储备液逐级稀释至100 μg/L,供配制铍标准系列溶液使用。

水质标准物质:铅,GSB 07-1183-2000(201226);镉,GSB 07-1185-2000(201424);铜,GSB 07-1182-2000(201123);铍,GSB 07-1178-2000(204605)。以上水质标准物质均购自国家标准物质研究中心(北京)。

硝酸、盐酸:UP级,苏州晶瑞化学有限公司。铅标准系

列溶液:取1只100 mL容量瓶,加入2.50 mL铅标准使用液,用1%硝酸定容至刻度,摇匀,配制成25.00 $\mu\text{g/L}$ 铅标准溶液。同时做标准空白处理。即配即用。镉标准系列溶液:取1只100 mL容量瓶,加入5.00 mL镉标准使用液,用1%硝酸定容至刻度,摇匀,配制成5.00 $\mu\text{g/L}$ 镉标准溶液。同时做标准空白处理。即配即用。铜标准系列溶液:取1只100 mL容量瓶,加入2.50 mL铜标准使用液,用1%硝酸定容至刻度,摇匀,配制成25.00 $\mu\text{g/L}$ 铜标准溶液。同时做标准空白

处理。即配即用。铍标准系列溶液:取1只100 mL容量瓶,加入1.00 mL铍标准使用液,用1%硝酸定容至刻度,摇匀,配制成1.00 $\mu\text{g/L}$ 铍标准溶液。同时做标准空白处理。即配即用。

1.3 样品前处理 取地下水清液50 mL,加入0.50 mL硝酸,摇匀待测。同时做样品空白处理。

1.4 仪器条件 工作参数见表1;石墨管类型:热解涂层石墨管。

表1 仪器工作参数

Table 1 Instrument operating parameters

重金属 Heavy metal	灯电流 Lamp current mA	波长 Wavelength nm	狭缝宽度 Slit width nm	氩气流量 Argon flow rates//L/min	进样体积 Sample volume μL	干燥温度 Drying temperature// $^{\circ}\text{C}$	灰化温度 Pyrolysis temperature// $^{\circ}\text{C}$	原子化温度 Atomization temperature// $^{\circ}\text{C}$
铅 Lead	10	283.3	0.2	0.5	20	80	700	2 100
镉 Cadmium	8	228.8	0.2	0.5	20	150	500	2 200
铜 Copper	10	324.8	0.5	0.5	20	110	600	2 100
铍 Beryllium	16	234.9	0.2	0.5	20	150	1 000	2 600

1.5 分析测定 将标准溶液和待测样品倒入自动进样器中,标准曲线浓度均为标准溶液自动稀释而成,铅、铜的标准曲线浓度为5.00、10.00、15.00、20.00、25.00 $\mu\text{g/L}$;镉、铍标准曲线浓度分别为1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 $\mu\text{g/L}$ 和0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 $\mu\text{g/L}$ 。设定好仪器分析条件(表1),依次分别测定标准曲线和样品,测定完成后自动计算结果。铅、镉、铜、铍的相关系数均大于0.999。

2 结果与分析

2.1 检出限 根据仪器设定的检出限程序,连续测定空白溶液11次,用3倍空白样品荧光值的标准偏差除以标准曲

线斜率即为该仪器的最低检出限,铅为0.007 $\mu\text{g/L}$,镉为0.001 $\mu\text{g/L}$,铜为0.016 $\mu\text{g/L}$,铍为0.002 $\mu\text{g/L}$ 。因此,该仪器的最低检出浓度:铅0.021 $\mu\text{g/L}$,镉0.003 $\mu\text{g/L}$,铜0.048 $\mu\text{g/L}$,铍0.006 $\mu\text{g/L}$ 。

2.2 精密度和准确度 取铅标准物质(201226)、镉标准物质(201424)、铜标准物质(201123)、铍标准物质(204605),分别移取10 mL至250 mL容量瓶中,用1%硝酸稀释定容至250 mL,待测;每个标准样品平行测量6次,计算平均浓度和相对标准偏差(RSD),测定结果见表2、3。由表2可知,标准物质的RSD为2.1%~3.5%,均符合使用要求,说明该仪器

表2 标准物质的平均浓度和相对标准偏差

Table 2 Average concentration and relative standard deviation of standard substance

标准物质 Reference material	浓度 Concentration// $\mu\text{g/L}$						平均浓度 Average concentration $\mu\text{g/L}$	RSD %
	1	2	3	4	5	6		
铅(204605) Lead(204605)	13.600	13.700	14.000	14.200	14.500	14.600	14.100	2.9
镉(201123) Cadmium(201123)	1.510	1.540	1.560	1.580	1.610	1.620	1.570	2.7
铜(201424) Copper(201424)	9.770	10.200	10.100	10.300	9.970	10.300	10.100	2.1
铍(201226) Beryllium(201226)	0.356	0.347	0.368	0.370	0.338	0.360	0.356	3.5

表3 标准物质测定结果

Table 3 Results of standard substances

标准物质 Reference material	保证值 Guarantee value $\mu\text{g/L}$	测定浓度 Concentration determination $\mu\text{g/L}$	换算浓度 Conversion concentration $\mu\text{g/L}$
铅(204605) Lead(204605) ¹	70.4 \pm 3.8	14.100	70.500
镉(201123) Cadmium(201123) ²	78.8 \pm 4.2	1.570	78.500
铜(201424) Copper(201424) ²	509.0 \pm 31.0	10.100	505.000
铍(201226) Beryllium(201226) ²	17.2 \pm 1.5	0.356	17.800

注:上标“1”表示该标准物质的换算浓度为测定浓度乘以5倍的结果;上标“2”表示该标准物质的换算浓度为测定浓度乘以50倍的结果

Note: Superscript “1” indicated that the conversion concentration of the standard substance was 5 times that of the measured concentration; superscript “2” indicated that the conversion concentration of the standard substance was 50 times that of the measured concentration

具有良好的精密度。由表3可知,标准物质的测定浓度均在标准物质的保证值范围内,说明仪器具有良好的准确度。上述结果显示了该仪器的精密度和准确度可用于样品的测定,为样品的测定结果提供了有效依据。

2.3 样品的测定 抽取无锡市某一季度地下水中的12个样品测定铅、镉、铜、铍的浓度,结果见表4。由表4可以看出,该季度中12个样品铅、镉、铜、铍的浓度均符合《地下水环境质量标准》(GB/T 14848—93)中规定的限值(铅<50.000 $\mu\text{g/L}$,镉<10.000 $\mu\text{g/L}$,铜<1 000.000 $\mu\text{g/L}$,铍<0.200 $\mu\text{g/L}$)。

2.4 样品的回收率 从12个样品中抽取4个样品(样品3、5、9、12),加入2.000 $\mu\text{g/L}$ 的铅标准溶液、1.000 $\mu\text{g/L}$ 镉标准溶液、2.000 $\mu\text{g/L}$ 铜标准溶液和0.100 $\mu\text{g/L}$ 铍标准溶液,

表4 无锡市地下水样品中铅、镉、铜、铍的浓度

Table 4 Contents of lead, cadmium, copper and beryllium in groundwater samples in Wuxi

样品编号 Sample number	铅 Lead	镉 Cadmium	铜 Copper	铍 Beryllium
1	0.648	0.094	0.165	0.010
2	2.200	0.409	1.120	0.111
3	2.130	1.450	3.310	0.138
4	1.620	0.772	0.927	0.172
5	2.560	2.010	3.220	0.165
6	1.940	0.567	4.330	0.156
7	1.240	0.984	3.710	0.057
8	1.870	0.647	2.560	0.108
9	2.490	1.170	2.660	0.111
10	1.360	0.285	6.890	0.184
11	1.380	0.798	7.190	0.178
12	2.470	0.890	1.830	0.099

表5 无锡市地下水样品的回收率

Table 5 Recovery rate of groundwater samples in Wuxi

样品编号 Sample number	铅 Lead				镉 Cadmium			
	样品浓度 Sample concentration μg/L	加标量 Scalar addition μg/L	测得浓度 Measured concentration μg/L	回收率 Rate of recovery %	样品浓度 Sample concentration μg/L	加标量 Scalar addition μg/L	测得浓度 Measured concentration μg/L	回收率 Rate of recovery %
3	2.130	2.000	3.930	90.0	1.450	1.000	2.370	92.0
5	2.560	2.000	4.280	86.0	2.010	1.000	3.100	109.0
9	2.490	2.000	4.730	112.0	1.170	1.000	2.270	110.0
12	2.470	2.000	4.540	104.0	0.890	1.000	1.930	104.0

样品编号 Sample number	铜 Copper				铍 Beryllium			
	样品浓度 Sample concentration μg/L	加标量 Scalar addition μg/L	测得浓度 Measured concentration μg/L	回收率 Rate of recovery %	样品浓度 Sample concentration μg/L	加标量 Scalar addition μg/L	测得浓度 Measured concentration μg/L	回收率 Rate of recovery %
3	3.310	2.000	5.120	90.5	0.138	0.100	0.243	105.0
5	3.220	2.000	5.390	108.0	0.165	0.100	0.278	113.0
9	2.660	2.000	4.540	94.0	0.111	0.100	0.199	88.0
12	1.830	2.000	3.710	94.0	0.099	0.100	0.189	90.0

测定样品的回收率,测定结果见表5。由表5可以看出,抽取的4个样品中铅、镉、铜、铍的回收率分别为86.0%~112.0%、92.0%~110.0%、90.5%~108.0%、88.0%~113.0%。

3 结论

该研究采用石墨炉原子吸收分光光度法测定无锡市地下水中的铅、镉、铜、铍的浓度,标准样品的测定结果表明该仪器的精密度和准确度均符合要求,可以用来测定地下水中的铅、镉、铜和铍。抽取的12个样品的测定结果表明,无锡市某季度地下水中铅、镉、铜、铍的浓度符合要求,说明该地区的地下水并未受到铅、镉、铜、铍的污染。

参考文献

- [1] 滕丽华. 宁波市饮用水中重金属铁锌铜健康风险度评价[J]. 广东微量元素科学, 2007, 14(6): 33-36.
- [2] MIRÓ M, ESTELA J M, CERDIÀ V. Application of flowing stream techniques to water analysis Part III. Metalions; Alkaline and alkaline-earth metals, elemental and harmful transition metals, and multielemental analysis[J]. Talanta, 2004, 63(2): 201-223.
- [3] 赫晓云, 王伟平, 张伟. ICP-MS对宝鸡市地表水中8种痕量重金属的测定[J]. 地下水, 2015, 37(1): 152-153.
- [4] 赵辉. 水中污染物对人体的危害[J]. 科技信息, 2009(31): 377-378.
- [5] 王维岗, 亚库甫江·吐尔逊. 环境的重金属污染物来源和毒理作用[J]. 新疆农业科技, 2004(2): 39-40.
- [6] 范鹏. 重金属对人体健康的影响[J]. 解放军健康, 2004(1): 40.
- [7] 秦俊法, 李增禧. 镉的人体健康效应[J]. 广东微量元素科学, 2004, 11(6): 1-10.
- [8] GAUTHIER V, GÉRARD B, PORTAL J M, et al. Organic matter as loose deposits in a drinking water distribution system[J]. Water research, 1999, 33(4): 1014-1026.
- [9] 国家环境保护总局. 《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 4版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002.
- [10] 邱德仁. 原子光谱分析[M]. 北京: 复旦大学出版社, 2001.
- [11] 邢建生. 水杨醛水杨酰脲荧光分光光度法测定铍的研究[J]. 光谱实验, 2000, 17(5): 589-591.
- [12] 卓馨, 蔡红, 石影. 双水相萃取光度法测定铍[J]. 稀有金属, 2006, 30(4): 567-569.

科技论文写作规范——题名

以最恰当、最简明的词句反映论文、报告中的最重要的特定内容,题名应避免使用不常见的缩略语、首字母缩写词、字符、代号和公式等。一般字数不超过20字。英文与中文应相吻合。英文题名首字母大写,连词及冠词除外。