

石墨炉原子吸收光谱法分析水质中 铅、镉、钒、铁的含量

章连荣

中石化股份有限公司九江分公司质量管理中心 江西九江 332004

摘 要:主要讨论了用 PEAA700 石墨炉原子吸收光谱仪分析水质中铅、镉、钒、铁的含量,从空心阴极灯或光源中发射出一束特定波长的入射光,在原子化器中待测元素的基态原子蒸汽对其产生吸收,未被吸收的部分透射过去。通过测定吸收特定波长的光量大小,来求出待测元素的含量。该分析方法精确度较高,抗干扰能力强,重复性、再现性优于 GB/T14673-1993 (水质钒的测定石墨炉原子吸收分光光度法)测钒的要求,亦优于 GB/T17141-1993 (土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法)测定铅的要求,测定由 mg/L 级降至 $\mu\text{g/L}$ 级。

关键词:石墨炉 原子吸收 分析 水质 金属元素

前言

近年来,由于计算机和光探测技术的突飞猛进,水及油品中金属元素含量分析^[1]方面,原子吸收光谱仪发展迅速,将第一代的单火焰原子吸收光谱仪(日立的 Z500、华洋的 AA2610、博晖的 BH5100)发展到现在的第三代一体化的火焰+内置石墨炉原子吸收光谱仪,如 PE 公司的 AA700 等。新技术和新方法的采用极大地提高了分析的精确度和分析样品的测量范围,并且大大提高了分析效率、减轻了劳动强度。中国石化股份有限公司九江分公司目前采用的是 PE 公司的第三代世界顶极石墨炉产品 AA700,为分析样品的准确性提供了保证。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

原子吸收光谱仪: AANALYST 700 型原子吸收光谱仪;工作站和分析软件(AAwinlab 软件);自动进样器。

冷却循环水系统。

空气压缩机。

硝酸(HNO_3): 优级纯。

载气: 氩气,纯度不低于 99.99%。

硝酸溶液: 1+1。

铅标准液: 100mg/L, 国家标准物质。

镉标准液: 100mg/L, 国家标准物质。

钒标准液: 100mg/L, 国家标准物质。

铁标准液: 100mg/L, 国家标准物质。

1.2 水质中铅、镉、钒、铁等分析方法的建立

试验过程中,采用校正曲线法进行水质中铅、镉、钒、铁等含量的分析。用 1.1 中的标样稀释成下列各标准系列,测出各标准系列的吸光值,制作出校正曲线。然后测出样品的吸光值,用校正曲线来计算出金属含量,见图 1 至图 4。重油中铅、镉、钒、铁含量的测定是将样品灰化后加盐酸溶解成水溶液后进行测定,所以本文只讨论水质中的铅、镉、钒、铁的测定。

表 1 水质中铅含量与其对应的吸光值

标样浓度 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	5	10	20	30	40	50
吸光值 A	0	0.026	0.052	0.104	0.157	0.209	0.261

收稿日期: 2005-05-19; 修改稿返回日期: 2005-06-25。

作者简介: 章连荣,男,1967 年生,工程师。1988 年毕业于江苏化工学院有机系工业分析专业,现就职于九江分公司质量管理中心,从事技术管理工作。

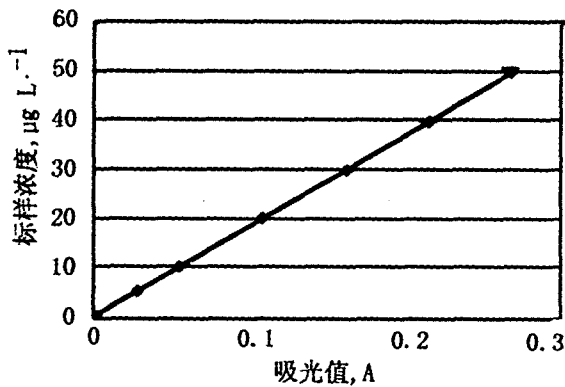


图 1 水中铅含量校正曲线

水质中铅含量分析回归方程, 见式(1)。曲线的相关系数 $r=1.00000$ 。

$$Y = 191.28X + 0.0426 \quad (1)$$

式(1)中, Y 为浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$; X 为吸光值, A。

表 2 水质中镉含量与其对应的吸光值

标样浓度, $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	20	40	60	80	100
吸光值, A	0	0.074	0.143	0.213	0.284	0.354

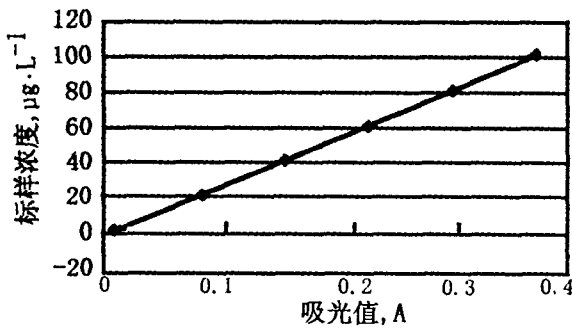


图 2 水质中镉校正曲线

水质中镉含量分析回归方程, 见式(2)。曲线的相关系数 $r=0.99996$ 。

$$Y = 283.38X - 0.0442 \quad (2)$$

式(2)中, Y 为浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$; X 为吸光值, A。

表 3 水质中钒含量与其对应的吸光值

标样浓度, $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	20	40	60	80
吸光值, A	0	0.053	0.107	0.160	0.214

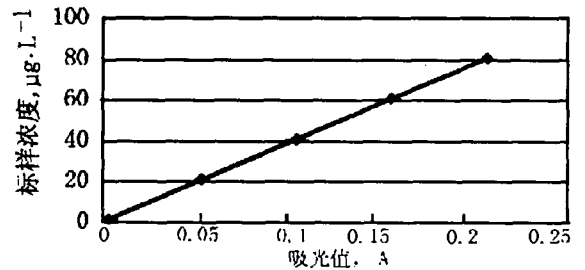


图 3 水中钒校正曲线

水质中钒含量分析回归方程, 见式(3)。曲线的相关系数 $r=1.00000$ 。

$$Y = 373.83X + 0.075 \quad (3)$$

式(3)中, Y 为浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$; X 为吸光值, A。

表 4 水质中铁含量与其对应的吸光值

标样浓度, $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0	20	40	60	80
吸光值, A	0	0.255	0.511	0.766	1.021

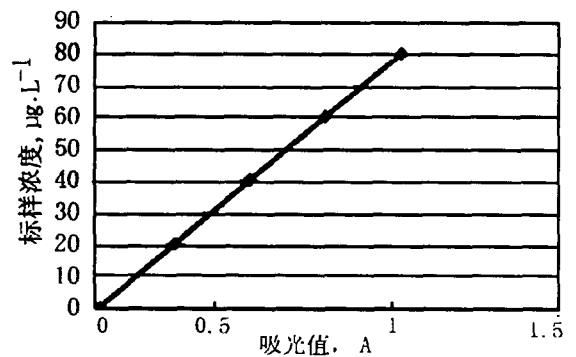


图 4 水中铁校正曲线

水质中铁含量分析回归方程, 见式(4)。曲线的相关系数 $r=1.00000$

$$Y = 78.34X + 0.00002 \quad (4)$$

式(4)中, Y 为浓度, $\mu\text{g}/\text{L}$; X 为吸光值, A。

2 结果与讨论

2.1 方法重复性考察

取不同化肥水质样品, 每个样品用原子吸收法自动进样连续测定 5 次, 考察水质中铅、镉、钒、铁的重复性, 见表 5。

表5 水质中铅、镉、钒、铁的重复性试验数据

组分名称	含量, $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$					平均	极差 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	标准偏差 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	相对标准偏差, %
	1	2	3	4	5				
铅	3.35	3.23	3.24	3.28	3.46	3.31	0.22	0.095	2.9
镉	6.02	5.89	6.10	6.00	5.96	5.99	0.21	0.069	1.2
钒	58.76	58.45	58.70	58.62	58.92	58.69	0.47	0.17	0.29
铁	1.23	1.21	1.24	1.22	1.21	1.22	0.03	0.013	1.1

从上表可以看出,石墨炉原子吸收法测定铅、镉、钒、铁具有良好的重复性,相对标准偏差在0.3%~2.9%之间,铅含量的测定极差、标准偏差较小,低于国家标准(GB/T17141-1993)^[2]土壤质量铅、镉的测定,石墨炉原子吸收分光光度法的

精密度和准确度规定的允许差见表6;钒含量的测定极差、标准偏差亦较小,低于(GB/T146731-1993)^[3]水质钒的测定,石墨炉原子吸收分光光度法的精密度和准确度规定的允许差见表7。

表6 GB/T17141-1993的精密度和准确度规定允许差

元素	实验室数	土壤标样	保证值, $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	总均值, $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	室内相对标准 偏差, %	室间相对标准 偏差, %	相对误差, %
Pb	19	ESS-1	23.6±1.2	23.7	4.2	7.3	0.42
	21	ESS-3	33.3±1.3	33.7	3.9	8.6	1.2

表7 GB/T146731-1993的精密度和准确度规定允许差

实验室 数目	统一试样 浓度, $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	重复性		再现性		加标 回收率, %
		标准偏差 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	变异系数, %	标准偏差, $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	变异系数, %	
6	1.043	0.038	3.6	0.050	4.8	99.1

2.3 标准加入回收率考察

取不同含量的铅、镉、钒、铁水质样品,每个样

品对应加入20 μg 铅、镉、钒、铁,考察方法的回收率,见表8。

表8 铅、镉、钒、铁回收率试验数据

回收情况	分析次数					回收平均值, μg	回收率(均值), %
	1	2	3	4	5		
铅回收 μg 数	19.5	18.9	19.3	20.2	19.1	19.4	97.0
镉回收 μg 数	19.3	19.2	20.1	19.0	18.8	19.3	96.5
钒回收 μg 数	19.2	18.3	18.9	18.8	19.0	18.9	94.5
铁回收 μg 数	19.1	18.9	19.4	19.2	19.0	19.1	95.5

从上表可以看出,方法回收率在94.5%~97.0%之间,证明石墨炉原子吸收光谱分析铅、镉、钒、铁具有较高的准确度。

2.4 抗干扰能力的考察

取空白去离子水样品四份,分别加入锰、汞、镍、钠、钾各1mg绝对量,再每个样品对应加入20 μg 铅、镉、钒、铁,进行抗干扰试验,结果见表9。

表9 铅、镉、钒、铁抗干扰试验数据

回收情况	分析次数					回收平均值, μg	回收率(均值), %
	1	2	3	4	5		
铅回收 μg 数	19.3	18.7	19.1	19.9	19.0	19.1	95.5
镉回收 μg 数	19.0	19.1	18.4	18.6	18.7	18.8	94.0
钒回收 μg 数	19.1	18.0	18.8	18.6	18.9	18.7	93.5
铁回收 μg 数	18.6	18.7	19.1	19.0	19.2	18.9	94.5

从上表可以看出,由于石墨炉原子吸收法测定采用的锐线光源,抗干扰能力强。上述试验证明锰、汞、镍、钠、钾等金属含量不太大的情况下对铅、镉、钒、铁的测定无明显影响。

2.15 方法再现性考察

就同一个水质样品,九江分公司质管中心和石科院再现性分析结果见表10。

表10 再现性分析结果

样品名称	本方法结果(铅、镉、钒、铁)				石科院结果(铅、镉、钒、铁)			
水质1#	3.32	6.25	58.63	1.33	3.20	6.11	58.42	1.36
水质2#	3.45	6.07	59.10	1.26	3.49	6.32	60.21	1.20
水质3#	3.17	5.88	57.25	1.29	3.03	5.98	58.75	1.25

从上表可以看出,本方法和石科院分析同一个样品的偏差不超过5%,对微量样品而言,说明本方法的再现性良好。

强的特点。

3 结论

采用石墨炉原子吸收光谱法测定水质和重油中铅、镉、钒、铁含量具有准确高效的特点,减轻了工作的劳动强度,应用前景广阔。PEAA700系列石墨炉原子吸收光谱在测定铅、镉、钒、铁重复性、再现性好,方法的回收率高,具有抗干扰能力

参 考 文 献

- 1 光谱分析,成都:成都地质大学出版社,2000
- 2 GB/T14673-1993.水质钒的测定.石墨炉原子吸收分光光度法
- 3 GB/T17141-1993.土壤质量铅、镉的测定.石墨炉原子吸收分光光度法

两条“龙”负使命出征

7月23日,由分公司为组长单位的两项股份公司“十条龙”攻关项目在北京通过了股份公司科技开发部组织的技术鉴定。

这两个项目分别是由九江分公司、中石化石油化学科学研究所、九江石化设计工程公司、中石化宁波工程有限公司等单位共同承担的“溶剂脱

沥青—脱油沥青气—脱沥青油进催化组合工艺”,以及由九江分公司、石科院、镇海炼化、洛阳石化工程公司、催化剂齐鲁分公司等单位共同承担的“汽油组成满足欧Ⅲ标准并增产丙烯的催化裂化工艺(MIP—CGP)工业试验”。

(分公司技术处:刘红芳)



北京龙天韬略科技有限公司

为您提供优质石墨原子化器、石墨坩埚、分析光源、雾化器、标准物质

公 司 简 介

北京龙天韬略科技有限公司，是致力于发展分析测试仪器配件事业的高科技企业实体，是集研发、生产、销售、服务于一体的分析仪器配件耗材专业厂家。公司拥有一流的专业人才队伍、精湛的制作工艺技术和先进的生产设备，经过长期的不断创新，积累了丰富的生产制作经验，强化了质量检测手段，配备了可靠的检测仪器，建立了完善的技术研发体系、材料采购体系、生产制作体系、质量检测体系、售后服务体系，充分保证产品质量，产品各项性能指标达到了同行业先进水平。

公司为国内外广大用户专业提供原子吸收光谱仪用各种型号石墨锥、石墨管、石墨平台片；气体分析仪器用各型号石墨坩埚；油料光谱分析仪用各型号石墨电极；原子吸收光谱仪用各型号单元元素空心阴极灯、多元素复合空心阴极灯、自吸扣背景空心阴极灯、高性能空心阴极灯、氘灯等分析光源；高性能原子荧光灯；原子吸收各型号金属套玻璃高效雾化器、ICP/ICP-MS 雾化器、ICP/ICP-MS 雾化室、ICP/ICP-MS 矩管、ICP/ICP-MS 采样锥截取锥；色谱柱、空心阴极灯电源、空心阴极灯激活器、高性能空心阴极灯电流分配器、比色皿、标准物质、进样杯等分析测试仪器耗材配件，常规型号现货供应，特殊型号可定制。

公司产品与国内外各品牌仪器完全配套，完全配套于北分瑞利、普析通用、东西电子、瀚时制作所、北京华洋、科创海光、博晖创新、北京纳克、北京美诚、北京瑞昌、上海天美、上海精科（上分厂）、上海光谱、浙江福立、江苏天瑞、安徽皖仪、武汉天虹、辽宁分析、沈阳华光等国内知名品牌，同时完全兼容配套于美国珀金埃尔默PE、美国瓦里安Varian、美国热电Thermo (Unicam)、美国惠普HP、美国安捷伦Agilent、美国巴克Buck、美国利曼Leeman、美国力可Leco、美国贝尔德Baird、美国沃特世Waters、德国耶拿Analytic Jena、德国斯派克Spectro、澳大利亚GBC、加拿大欧罗拉Aurora、英国可林kwicklink、英国派尤尼堪（尤里卡）、日本日立Hitachi、日本岛津Shimadzu、日本堀场Horib等国外知名品牌。国产产品与原装产品兼营，零售批发兼营。

公司产品广泛运用在疾控系统、质检系统、商检系统、农检系统、环境检测系统、地质冶金系统、厂矿系统、医药系统、自来水系统、石油系统、科研系统和大专院校等，在国内外拥有广泛的用户群，产品性能优异，质量稳定，产品档次齐全，高性价比，深受国内外用户的一致好评。

公司自创立迄今以“用户第一、诚信为本”为经营理念，以“追求卓越、挑战未来”为企业精神，以“发展、创新、改革、开放”为指导思想，“一切为了用户”的服务宗旨，注重专业技术的提升以求研究开发与创新技术为发展宗旨，不断的发展和完善。将“理念、人才、技术、产品”融为一体，落实 ISO 国际品质认证，全面发展。致力于打造“龙天韬略”精品产品品牌和高品质服务品牌，倡导与客户双赢共荣，做客户值得信赖的朋友！

公司建立有完善的产品质量监测控制系统，严格执行公司原料采购标准、生产工艺标准、质量监测标准，全面确保公司产品质量。公司拥有完善的售前、售后服务支持。对产品邮寄运输过程中损坏及在使用过程中出现产品质量问题，一律负责更换。严密的品质管理制度、完善的质量保证体系和忠诚的售后服务是本公司的郑重承诺。以优质、高效、快捷服务国内外新老客户，以一流的生产技术、精湛的制造工艺，可靠的质量保证，走向国际市场，欢迎国内外人士来电来函洽谈指导。

联系方式

通信地址：北京市西城区西安门大街光明胡同 23 号院

开户银行：中国工商银行股份有限公司北京金融街支行营业室

电 话：010-66039918

联系人：武小姐

梁先生

QQ: 229061567

QQ: 229061583

E - Mail: bjlttl@126.com

邮 编：100032

账 号：0200 2168 0920 0048 714

传 真：010-66035499

手 机：13810553198

手 机：13810794198

网 站：www.bjlttl.com.cn