

# 氢化物原子荧光法与石墨炉原子吸收法测定 水中微量铅比较

梁 劲

(广州市白云区环境监测站 广州 510405)

**摘 要** 通过对石墨炉原子吸收法及氢化物发生原子荧光法测定水中微量铅这两种方法进行比较,本试验认为应用氢化物原子荧光法测定水中微量铅含量是一种较好的方法。

**关键词** 氢化物发生 原子荧光 水中铅

## 前言

铅是一种毒性大且容易累积的金属元素,随着工农业的发展及汽车尾气的大量排放,环境中的铅对人体健康尤其是儿童的影响很大。世界卫生组织对水中铅的控制线已降到 0.01mg/mL。美国国家环境保护局的水质环境标准也明确规定全铅不超过 0.015mg/mL。目前石墨炉原子吸收法和氢化物发生原子荧光法都是分析测定水中微量铅的方法。本文将两种分析方法进行比较,并应用氢化物原子荧光法对辖区内的地表水中微量铅进行测试。

## 1 仪器及试剂

### 1.1 仪器

美国 PE 公司 AA300-HGA850 原子吸收分光光度计;铅元素空心阴极灯(美国 PE 公司);涂有热解石墨的石墨管(美国 PE 公司);AFS-930 双道原子荧光光度计(北京吉天仪器有限公司),含 AS-30 自动进样器及 SIS-100 顺序注射氢化物发生及气液分离系统;铅元素空心阴极灯(北京吉天仪器有限公司)。

### 1.2 试剂

1.2.1 铅标准溶液 0.5μg/mL(国家标物中心);标准使用液 0.1μg/mL。

1.2.2 铅标准溶液 0.5μg/mL(国家标物中心);标准使用液 0.05μg/mL。

1.2.3 1.0% (m/v)硼氢化钾溶液(AR);1.0% (m/v)铁氰化钾溶液(AR)。

1.2.4 1.0% (m/v)氢氧化钠溶液(AR);10% (m/v)铁氰化钾溶液(AR)。

1.2.5 3% 的草酸溶液(AR)。

## 2 仪器工作条件

### 2.1 石墨炉原子吸收法

程序升温的最佳条件(见表 1)。波长:283.3 nm,狭缝 0.7 nm,进样量 20μL。放置 100μg/L 标准溶液后,分别设置空白点位及 10~100μg/L,6 个点自动进样器自动稀释。

表 1 程序升温的最佳条件

阶段	温度/℃	斜坡升温时间/s	保持时间/s
干燥	100	5	20
	140	15	15
灰化	300	10	20
原子化	1200	0	5
清除	2600	1	3

### 2.2 氢化物发生原子荧光法

2.2.1 仪器的分析条件 光电倍增管负高压 270V;空心阴极灯主电流 80mA,辅电流 20mA;原子化器高 8mm,载气流量 500mL/min,屏蔽气流量 1000mL/min;读数方式为峰面积;顺序注射系统程序,共分 7 步(由操作软件自带)。

步骤	时间/s	样品注射 泵动作	体积/mL	还原剂注 射泵动作	体积/mL	蠕动泵转 速/rpm	读数
1	1	FILL	1.5	FILL	1.2	0	NO
2	1	FILL	1.5	FILL	1.5	130	NO
3	1	INJ	3	INJ	0	130	NO
4	1	FILL	2.5	INJ	0	130	NO
5	0.1	FILL	1	INJ	0.5	0	NO
6	1	FILL	1.2	INJ	0	0	NO
7	7.5	INJ	4.7	INJ	2.2	130	YES

### 2.3 测试方法

2.3.1 测试方法 A 利用还原剂 A 和硝酸作为载流,标准溶液和试样不需要另加试剂,选用铁氰化钾溶液作氧化剂,能提高铅烷的发生率。放置 0.05μg/mL 标准使用液后分别设定空白点位及 5~50μg/L,6 个点由自动进样器自动稀释。

2.3.2 测试方法 B 在标准溶液及试样中另外加入铁氰化钾溶液、草酸溶液及盐酸,以盐酸为载流,

(下转第 77 页)

率,避免闲置浪费的现象外,另一个重要目的是仪器资源信息共享服务。从目前的现状分析,协作共用,提高仪器利用率已经基本深入人心,并且仪器设备拥有者已经从协作共用中得到实际的好处,既盘活资产,又获得一定的收益。因而,当初的运行补贴费在如今就显得不再那么重要,可是,仪器协作网另外一个目的,就是资源信息共享服务,这仍然是需要的重要服务内容之一。因此,仪器协作网今后的发展模式可以考虑弱化其资金支持功能,重点建设其信息资源服务功能,为仪器拥有单位、仪器使用者、科研人员、仪器制造商、仪器维修商、提供全方位的产、学、研、修一体化的信息服务。也就是说,通过信息资源的全面整合与服务来提高我国仪器资源的整体使用效益。

仪器协作网的运行管理模式重大调整方向是从重点管理发放对外运行补贴费,逐步转化为“全国仪器协作共用信息交流平台”。原有的运行补贴资金部分可以考虑用于信息平台建设基金。当然,在实际操作中,要形成以科技基础条件大平台为龙头,各部门、各地、各单位多级异地分步式管理模式。

同时,仪器协作网可以考虑成为国家仪器资源

信息化和电子政务建设的基地,赋予其仪器信息管理职能,从而达到为国家宏观决策提供科学、准确、及时的一手数据支撑。同时成为国家基础条件大平台的宣传基地,并通过切实的服务,实现国家与部门、地区、单位的利益最大化,逐步改变仪器资源拥有者的观念,扩大平台的影响力。

## 4 结语

《“十一五”国家科技基础条件平台建设实施意见》中明确指出科学仪器协作网的未来发展方向和思路,各个科学仪器协作网要把握时机,积极应对挑战,充分利用现有的行政资源和政策资源,以规模扩大促进良性运转,以信息交流推动共享共用,以信息服务强化合作协作,以平台建设深化运行创新,为我国科技创新、科技体制改革而积极探索和实践。

## 参考文献

- 1 “十一五”国家科技基础条件平台建设,实施意见,2005
- 2 北京科学仪器装备协作服务中心,北京地区大型仪器协作共用工作总结,2003
- 3 国家科技基础条件平台资源调查组,我国大型科学仪器设备资源现状调查报告,2004

(上接第 72 页)

硼氢化钾加氢氧化钠作为还原剂,由于铅的氢化物发生条件对酸度的要求十分苛刻,溶解硼氢化钾的碱溶液可根据样品的酸度加以确定,以保证最终反应废液的 pH 值为 8~9 左右。

## 3 结果与讨论

### 3.1 两种分析方法检出限

石墨炉原子吸收法检出限为 0.0012 μg/mL。原子荧光法的检出限小于 0.001 μg/mL。故原子荧光法检出限优于石墨炉原子吸收法检出限。

### 3.2 精密度及准确度

石墨炉原子吸收法相对标准差为 1.8%,回收

率为 90.5%~106.0%。原子荧光法相对标准差为 1.9%,回收率为 92.4%~108.3%。

对某采样点同一批次的水样进行比较测定:石墨炉原子吸收法 10.0 μg/L,原子荧光法 10.2 μg/L。对比石墨炉原子吸收法和氢化物发生原子荧光法,两种方法各有长处和缺点,石墨炉原子吸收法:价格昂贵,耗时长,干扰多。氢化物发生原子荧光法:仪器价格经济,耗时短,干扰较少,检出限较好,并且都能满足水中微量铅的分析要求。

## 参考文献

- 1 原子吸收分析方法手册,北京:原子能出版社,1989
- 2 原子荧光分析方法手册,北京:吉天仪器有限公司

## The determination of minute quantity lead in water by hydride generation AFS comparing with GFAS

Liang Jin

(Guangzhou City Baiyun district environment monitoring station Guangzhou 510405)

**Abstract** Hydride generation atom fluorescence spectrometry method and graphite furnace atomic spectrometry method are used to analyze minute quantity lead in water, we can do it in the best working condition.

**Key words** Hydride generation Atom fluorescence spectrometry Lead in water