

# AAS 法测定源水中痕量铜、铅、镉

—— 巯基棉富集分离前处理若干问题探讨

赵虹 董四平 许琼

(湖北省荆州市沙市区卫生防疫站 434000)

## 前 言

全国第十三次水分析方法科研协作会将巯基棉富集分离饮水中痕量铜、铅、镉 AAS 法定为国家标准分析方法(试行),本文对此方法进行了验证,并对几种源水中痕量铅、铜、镉含量进行了测定,对仪器使用条件进行了摸索,对本方法测定过程中的前处理问题进行了研究。

## 实验部分

### 1. 主要仪器与试剂

北京地质仪器厂产 GGX- I 型原子吸收分光

表 1

	波长 (nm)	通带 (Å)	负高压 (V)	灯电流 (mA)	火焰高度 (mm)	空气流量 (L/min)	乙炔流量 (L/min)	空气压力 MPa	乙炔压力 Mpa
Pb	2834	2	316	6.1	6	6.0	1.25	0.2	0.04
Cd	2289	4	362	6.8	6	6.0	1.25	0.2	0.04
Cu	3250	4	346	6.0	6	6.0	1.25	0.2	0.04

### 2.2.3 标准曲线的绘制和样品测定

表 2

Pb (ug/ml)	0	0.25	0.50	1.0	2.00	3.00	4.00
吸光度 (A)	0	0.013	0.027	0.053	0.097	0.145	0.190
Cd (ug/ml)	0	0.025	0.050	0.10	0.20	0.30	0.40
吸光度 (A)	0	0.023	0.044	0.088	0.174	0.255	0.323
Cu (ug/ml)	0	0.125	0.250	0.500	1.00	1.50	2.0
吸光度 (A)	0	0.037	0.072	0.147	0.296	0.445	0.586

进行测定,将 2.2.1 步骤处理的待测溶液,按 1ml/min 样品提升量吸入,与标准比色定量。

## 结果与讨论

### 1. 源水的前处理

本文对长江水、沙市碧波河水、长湖三种不同的源水进行了二种过滤方法处理,即慢速定量滤纸过滤和醋酸纤维滤纸加压过滤。前者过滤效果

光度仪、小过滤器、500ml 分液漏斗、巯基棉富集装置、10%氨水、1:3 硝酸、铜、铅、镉标准贮备液。

### 2. 操作步骤

2.1 向采集的源水水样中加入适量 HNO<sub>3</sub> (使水样 PH≈3)。

测定时,取 500ml 加酸保存的水样用 10%氨水调节 PH 至 6.5~7.0 之间,移入巯基棉装置中,以 25d/min 左右的流速使水样通过巯基棉管,以富集待测组分,水样流完后,用木签轻轻挤压巯基棉,将水挤掉,取下装有巯基棉的玻璃管,用 10%热 HCl(80℃)5ml 逐次加入巯基棉管内,下接 10ml 干燥的比色管,定容至 5ml 待测。

### 2.2 仪器使用条件

以上各浓度系列用原子吸收仪(直接火焰法)

不甚理想,过滤 2~3 次后,目视比色仍可见浑浊,此方法滤过的源水通过巯基棉管后,巯基棉上部已变成黄褐色(泥沙颜色),而采用醋酸纤维滤纸加压过滤 2 次后,水质清亮,通过巯基棉管后,巯基棉不变色,使用两种不同方法过滤的源水 Pb、Cd、Cu 测定值也有较大差异,见表 3。

表 3 Cu 两种滤纸过滤源水后测定的 Pb、Cu、Cd 结果

	慢速定量滤纸过滤		醋酸纤维滤纸加压过滤	
	长江水	长湖水	长江水	长湖水
Db (mg/l)	0.024	0.016	0.0047	0.0031
Cu (mg/l)	0.015	0.013	0.0029	0.0020
Cd (mg/l)	$1.1 \times 10^{-4}$	$4.1 \times 10^{-4}$	$4.8 \times 10^{-5}$	$8.8 \times 10^{-5}$

由表 3 可见,源水的过滤处理完全否,是影响源水中痕量 Pb、Cu、Cd 测定的重要因素之一。本文认为,如果源水过滤不完全,水样中仍带有少量泥沙,通过巯基管时,被巯基棉阻挡住,当用热盐酸洗脱富集组分时,细微泥沙也被热盐酸溶解,水

样中待测元素浓度显著增加,使测定结果明显高于水中实际浓度。而且当巯基棉上部肉眼可见附有黄色泥沙时,也影响水样通过巯基棉管的流速,使流速由只需 2h 左右延长至 4—5h,使测定结果受到影响。

## 2. 水样富集时间的选择

将加酸保存的长江水,用控制不同的流速通过巯基棉管,结果见表 4。

表 4 不同流速通过巯基棉管的测定结果

	15d/min			25d/min			45d/min		
	已知值	测定值	回收率%	已知值	测定值	回收率%	已知值	测定值	回收率%
Pb (mg/L)	0.605	0.407	67.3	0.605	0.604	99.8	0.605	0.315	52.1
Cu (mg/L)	0.790	0.690	87.3	0.790	0.765	96.5	0.790	0.476	60.3
Cd (mg/L)	0.105	0.092	87.6	0.105	0.105	100	0.105	0.087	82.9

由表 4 可见,以 25d/min 的流速通过巯基棉管的回收率令人满意,流速过快和过慢,回收率都达不到要求,使测定结果发生误差。

## 3. 样品提升量的选择

由于待测溶液仅 5ml,要分别测定 Pb、Cu、Cd

三种元素,样品提升量的选择较为关键,既要满足三种元素测定的溶液需求量,又要达到方法的灵敏度。提升量大,溶液不够用,提升量小,则灵敏度降低,又使测定结果偏低。几种样品提升量(ml/min)的测定结果见表 5。

表 5 几种不同的提升量测定结果

	<1ml/min			1ml/min			3ml/min 以上		
	已知值	测定值	回收率%	已知值	测定值	回收率%	已知值	测定值	回收率%
Pb (mg/L)	0.50	0.35	70	0.50	0.47	94	0.50	0.45	96
Cu (mg/L)	0.02	0.015	75	0.02	0.018	90	0.02	0.017	85
Cd (mg/L)	0.06	0.05	83	0.06	0.06	100	0.06	0.06	100

由表 5 可见,虽然 3ml/min 提升量回收率较好,但由于受样品量限制不可取,而<1ml/min 的则回收率达不到,1ml/min 的提升量,二者均能满足,因此选定 1ml/min 为合适的样品提升量。

## 4. 关于锌污染问题

在测定中,发现源水中 zn 含量异常,反复进行回收率试验,仍难获得满意效果。后对巯基棉进行 zn 含量测定,结果见表 6。

表 6 巯基棉中 zn 含量测定结果、测定次数

空白巯基棉中 zn 含量 (ml/L)	
1	1.10
2	1.05
3	1.08

由表 6 可见,未曾使用的巯基棉在制备过程中,已受 zn 污染,本文认为其污染来源为漂洗巯基棉过程中含 ZN 蒸馏水。作者将江苏、吉林、湖北省站三处制备的巯基棉进行了空白试验,均发现 zn 污染。故建议在制备巯基棉时,一定要用高纯度纯水进行漂洗,否则极易造成 zn 污染,使实验失败。

## 参考文献

1. 全国水质卫生标准分析方法科研协作组第十三次会议资料。
2. 裴纯明,《应用巯基棉技术测定饮水中 Pb、Cu、Zn、Cd》中华预防医学杂志,1988;22,(2)110。