

文章编号: 1009-038X(2003)01-0108-03

纯水中痕量铅的测定 ——多次进样技术石墨炉原子吸收法

贡小清, 王利平

(江南大学 分析测试中心, 江苏 无锡 214036)

摘要: 采用多次进样、石墨炉内预浓缩原子吸收法测定了纯水中的痕量 Pb, 其检出限为 1.4 pg, 特征质量为 6.7 pg. 与直接进样测定相比较, 本方法可明显提高测定的精密度, 操作简便快速, 可用于水中痕量元素的分析.

关键词: 纯水 痕量 Pb 多次进样技术 石墨炉原子吸收光谱

中图分类号: O 661.1

文献标识码: A

Determination of Trace Lead in Pure Water by Multiple Injection-GFAAS

GONG Xiao-qing, WANG Li-Ping

(Analysis Center, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China)

Abstract: Trace Pb in pure water was determined by GFAAS with multiple injections for concentration. Compared with conventional single injection, the precision was improved remarkably. The method was simple and fast. It was a useful method for analysis of trace metal in water.

Key words: pure water; trace Pb; multiple injections; graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS)

随着生活水平和人们自我保健意识的普遍提高, 饮用纯水已日益普及. 另外, 在保健食品的生产过程中, 也普遍采用已经预处理的纯水, 以控制铅等有害元素在较低的水平. 由于纯水中铅的含量很低, 一般小于 0.1 ng/mL, 传统的双硫脲比色法显然不能考虑. 石墨炉原子吸收法^[1]的灵敏度虽高, 但直接进样测定吸光度的变异较大. 近年来, 有关多次进样预浓缩技术测定纯水中极低含量 Si, Mn 等元素的方法已有报道^[2-3]. 作者应用美国 VARIAN

公司 220 Zeeman 石墨炉原子吸收光谱仪的多次进样技术, 对水样进行预浓缩, 并系统考察了与实验有关的各种条件. 结果表明, 将含铅量极低的纯水通过仪器的多次进样技术在石墨炉内浓缩数倍后, 明显提高了测定的精密度和准确度, 且操作简便, 值得推广.

1 仪器与试剂

VARIAN 220 Zeeman 石墨炉原子吸收光谱仪、

收稿日期: 2002-07-01; 修回日期: 2002-09-03.

作者简介: 贡小清(1953-), 女, 江苏江阴人, 副主任技师.

万方数据

SPD 自动进样器,美国 VARIAN 公司产品.

Pb 空心阴极灯、热解涂层石墨管,威格拉斯仪器(北京)有限公司提供.

Pb 标准溶液(1.00 mg/mL),使用前用超纯水分步稀释成质量浓度为 1.00 ng/mL 的标准应用母液,国家化学试剂质检中心提供,符合 GB/T602—88 规定.

超纯水(用于试剂空白对照及稀释用水),中国华晶集团提供,符合 GB17323—1998 规定.

2 工作条件和进样参数

2.1 石墨炉工作条件

石墨炉工作条件见表 1.

表 1 石墨炉工作条件

Tab.1 The operating conditions of graphite furnace

步骤	温度/ ℃	时间/ s	N ₂ 流量/ (L/min)	停气	备注
1	85	5.0	3.0	No	干燥阶段 多次进样预浓缩
2	95	50.0	3.0	No	
3	120	10.0	3.0	No	
4	120	2.0	0	Yes	原子化阶段
5	2100	1.5	0	Yes	
6	2100	2.0	0	Yes	
7	2300	1.0	0	No	清洗阶段

2.2 多次进样参数的设定

选定多次进样功能后,在程序内设定一次进样体积 m 和进样次数 n ,总的进样体积为 $m \times n$. 可根据样品的 Pb 含量设定为 $20\text{ }\mu\text{L} \times 5$ 次或 $40\text{ }\mu\text{L} \times 5$ 次,或 $40\text{ }\mu\text{L} \times 10$ 次. 由于 $40\text{ }\mu\text{L}$ 的进样量较大,干燥温度应适当延长. 石墨炉第三步升温完成后进下一次样. n 次进样完毕后,样品在炉内得以浓缩,再进入原子化阶段.

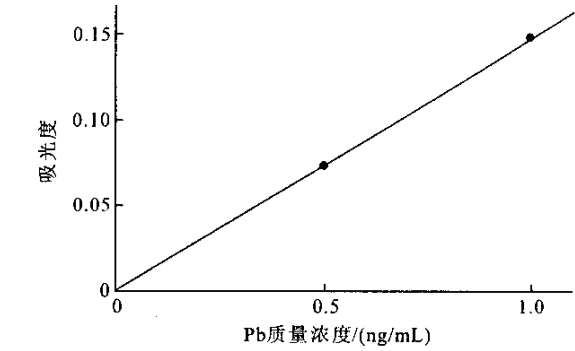
3 测定

3.1 标准曲线的制备

定量采用标准曲线法,以 1.00 ng/mL Pb 溶液为标准母液,由自动进样器稀释成 0,0.50,1.00 ng/mL 的 Pb 标准系列溶液,结果见图 1. 此标准曲线对于 Pb 在 0.1 ng/mL 附近的纯水样较为合适,如有必要还可将母液质量浓度配得更低.

由于标准溶液的进样同样执行 $m \times n$ 次的指令,在炉内进行预浓缩,因而标准母液的质量浓度必须配得很低,并确保无污染. 标准曲线完成以后,

进行样品的分析.



进样体积 $20\text{ }\mu\text{L} \times 5$
图 1 Pb 多次进样标准曲线
Fig.1 Pb Standard Curve by Multiple Injections

3.2 方法的检出限与特征质量

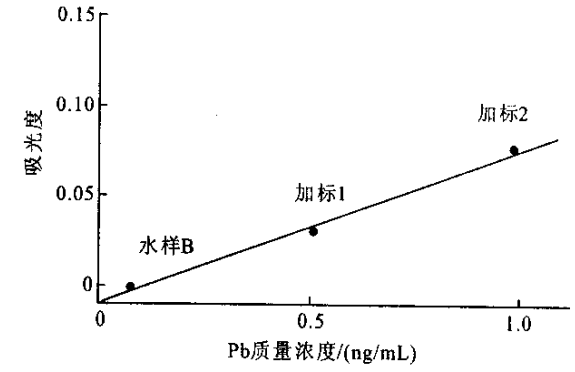
根据多次进样标准曲线,测定标准空白溶液 10 次,测得其平均质量浓度为 0.011 ng/mL, RSD = 50%,并求得本方法测定 Pb 的检出限为 1.4 pg,特征质量为 6.7 pg.

3.3 方法的准确度与精密度

采用本方法的测定步骤对铅质量浓度为 1.00 ng/mL 的标准水样进行 5 次测定,测得平均质量浓度为 1.03 ng/mL,表明本方法能有效地应用于纯水及痕量 Pb 的水样测定.

3.4 定量方法的比较

对两个不同牌号的纯水样 A,B 用外标法和标准加入曲线法进行了测定和比较. 图 2 为标准加入法曲线,比较的结果见表 2. 结果表明,对 Pb 含量极低的纯水样品,多次进样技术能明显提高测定的精密度.



加标 1. Pb 2.50 ng/mL 加标 2. Pb 5.00 ng/mL; 水样 B. Pb 0.31 ng/mL
图 2 Pb 标准加入法曲线
Fig.2 Pb Standard Addition Curve

表 2 不同定量方法的比较

Tab.2 Comparison of the quantitative methods				
定量方法	标准系列 Pb 质量浓度/ (ng/mL)	进样体积/ μL	水样 A	水样 B
			Pb 质量浓度/ (ng/mL) RSD(n = 5)/ %	Pb 质量浓度/ (ng/mL) RSD(n = 5)/ %
外标法	0 ~ 20.0	20	0.050 98	0.282 18
标准加入法	0 ~ 5.00	20	0.092 51	0.242 33
多次进样标准曲线法	0 ~ 1.00	20 × 5	0.056 16	0.250 11

4 结 论

1) 由于进行的是含量极低元素的分析,所有与

实验有关的容器均须经超纯水彻底淋洗.

2) 采用多次进样炉内浓缩的技术,克服了传统化学处理预富集可能引进的较高的空白值或直接加热浓缩易带入污染的麻烦.另外,标准溶液和样品溶液的进样体积一致,可确保两者在炉内的本底浓缩效应一致,使测定结果更加可靠.

3) 由于水样纯净,背景吸收很小,无须使用改良剂,可省去灰化阶段,分析过程更为简化快速.

4) 对 Pb 质量浓度为 0.03 ng/mL 的纯水样品进行了进样次数的比较.分析表明,20 μL × 5 次和 40 μL × 10 次的测定结果基本一致.作者认为,由于标准溶液和样品溶液的进样体积相同,其本底的浓缩效应完全一致,因此不必过多地增加进样体积.

参考文献：

[1] 王夔,唐任寰,徐辉碧,等.生命科学中的微量元素[M].北京 中国计量出版社,1996.953.
[2] FEHSE F. The determination of silicon in deionized process water by Graphite AAS[J]. Spectrochim Acta, 1984, 39B :597 – 598.
[3] 房晓辉,孙向彤. 测定高纯水中痕量杂质 Mn,Cd 和 Cr 的原子吸收光谱分析技术[J]. 光谱实验室,1995, 12(1) :21 – 24.

(责任编辑 朱 明)