

中华人民共和国地质矿产行业标准

地下水水质检验方法 电热原子化原子吸收光谱法 测定铜、铅、锌、镉、镍和铬

DZ/T 0064.21-93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了电热原子化原子吸收光谱法测定铜、铅、锌、镉、镍和铬的方法。

本标准适用于地下水中痕量铜、铅、锌、镉、镍和铬等元素的测定。最低检测量:铜、铅、锌、镍和铬均为 0.2ng,镉为 0.02ng。最低检测浓度分别为铜 0.11 $\mu\text{g/L}$,铅 0.11 $\mu\text{g/L}$,锌 0.29 $\mu\text{g/L}$,镉 0.009 $\mu\text{g/L}$,镍 0.13 $\mu\text{g/L}$,铬 0.08 $\mu\text{g/L}$ 。

2 方法提要

含有铜、铅、锌、镉、铬、镍离子的水样进入石墨炉原子化器,在 2 000~3 000 $^{\circ}\text{C}$ 的高温下,金属离子变成原子蒸气,当被测元素的空心阴极灯发出的特征谱线辐射通过原子蒸气层时,便产生选择性吸收。在一定条件下,特征谱线光强度的变化与试样中被测元素的浓度成正比。借此,可确定试样中被测元素的浓度。

3 仪器

3.1 具电热原子化器及背景扣除装置的原子吸收分光光度计。

3.2 仪器参数

3.2.1 测量波长:铜、铅、锌、镉、镍和铬分别为:324.8、283.3、213.9、228.8、232.0 和 359.3nm。

3.2.2 灯电流:铜、铅、镉和铬为 7.5mA;锌 10mA;镍 12mA。

3.2.3 光谱带宽:铜、铅、锌、镉和铬为 0.13nm;镍为 0.02nm。

3.2.4 石墨容器:铜、镍和铬用石墨管,铅、锌和镉用石墨杯。

3.2.5 载气:氩。

3.2.6 测量方式:铜、镉、镍和铬采用峰面积测量,铅和锌采用峰高测量。

3.2.7 保护气:铜、铅、镍、镉和铬在原子化过程中停气,锌在原子化过程中不停气。

3.3 铜、铅、锌、镉、镍和铬的空心阴极灯。

3.4 记录器(应具有输入 1~10mV 档)。

3.5 石英烧杯(或聚四氟乙烯烧杯)250mL。

4 试剂

4.1 硝酸,超纯试剂。

4.2 硝酸溶液(1%),超纯硝酸 1mL 加亚沸蒸馏水 99mL。

4.3 标准贮备溶液:分别准确称取光谱纯铜、铅、锌、镉、镍各 0.100 0g,于 5 个 200mL 烧杯中,各加入硝酸溶液(1+1)10mL,低温溶解,溶解后微沸以除去氮的氧化物。冷却后,分别移入 5 个 1 000mL 容量

中华人民共和国地质矿产部 1993-02-27 批准

1993-10-01 实施

瓶中,用二次亚沸蒸馏水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 分别含 0.10mg 铜、铅、锌、镉、镍。

另称取基准试剂重铬酸钾(120℃烘干 2h)0.282 9g 于 200mL 烧杯中,用二次亚沸蒸馏水溶解,移入 1 000mL 容量瓶中,定容。此溶液 1mL 含 0.10mg 铬。

4.4 标准溶液:分别吸取标准贮备溶液(4.3)10.00mL 于 6 个 1 000 毫升容量瓶中,以硝酸溶液(4.2)稀释至刻度,此溶液 1mL 含 1.00 μ g 的铜、铅、锌、镉、镍、铬。

准确移取 1mL 含 1.00 μ g 镉(4.4)的标准溶液 10.00mL 于 100mL 容量瓶中,以硝酸溶液(4.2)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 0.10 μ g 镉。

5 分析步骤

5.1 样品分析

5.1.1 开启仪器,调整好仪器参数(3.2)。

5.1.2 用亚沸蒸馏水调市仪器零点。

5.1.3 将预处理富集 20 倍的试样溶液,依次注入原子吸收分光光度计的石墨炉中,分别测量各重金属的吸光度。

5.2 标准曲线的绘制

分别准确移取铜、铅、锌、镍、镉的标准(4.4)0.0,1.0,2.0,4.0,6.0 μ g 和镉标准(4.4)0.0,0.10,0.20,0.30,0.50 μ g 于一系列 100mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.2)定容,摇匀。以下步骤同 5.1,以各金属浓度对吸光度,绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

按下式分别计算各离子的质量浓度:

$$\rho(\mu\text{g/l}) = \frac{A}{F}$$

式中: ρ —Cu、Pb、Zn、Cd、Ni 或 Cr 的质量浓度, $\mu\text{g/L}$;

A —在标准曲线上分别查得的金属量, $\mu\text{g/L}$;

F —水样富集倍数。

7 精密度和准确度

八个实验室对 EPA 标准水样进行测定,铜、铅、锌、镉、镍和铬的含量($\mu\text{g/L}$)分别为 0.531,0.992,0.703,0.098,1.205,0.426 时,其相对标准偏差分别为 7.17%,6.35%,12.41%,8.04%,7.35%,6.75%。在加标量为上述各元素含量的一倍时,其回收率均在 80%~120% 的范围内。

附录 A
本标准的有关说明
(参考件)

A1 对被测组份含量很低的地下水,可以参照“螯合树脂交换富集火焰原子吸收光谱法”中 5.1 节“样品的预富集”所述方法,对样品进行预富集处理。

A2 在分析未受污染的浅层地下水样品时,若矿化度低于 500mg/L,则对此样品也可用蒸发浓缩 20 倍的富集预处理方法。蒸发水样用的石英烧杯,在盛样前必须用盐酸溶液(1+1)煮沸洗涤,然后用二次亚沸蒸馏水洗净。对最末次洗涤烧杯的用水须用仪器检查,确证无待测元素时方算合格。蒸发水样的工作间、通风柜必须保持足够的清洁,水样蒸发预处理期间,分析人员应少进出。

A3 水样从样桶中取出到测定的整个工作过程,最好在最短时间内完成,以免实验环境对样品的污染。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由地质矿产部吉林省中心实验室负责起草。

本标准主要起草人谢明武。