

原子吸收分光光度法检测室内积尘中的铅的研究

陈志明, 莫招育, 谢 鸿, 毛敬英, 林 华 魏艳红

(广西壮族自治区环境保护科学研究院, 广西 南宁 530022)

摘 要: 应用小板刷法采集一般居民家室内积尘, 采用普通酸分解法处理样品, 以磷酸二氢铵和硝酸镁做基体改进剂, 采用石墨炉原子吸收分光光度法测定室内积尘中铅。同时采用质控样品检测, 加标回收等质量控制方法。结论: 该方法标准曲线线性好, 加标回收率高, 重现性好, 适用于室内积尘中铅的测定。

关键词: 石墨炉; 原子吸收; 铅; 室内积尘

中图分类号: X833

文献标识码: A

文章编号: 1001-9677(2012)24-0128-02

A Research on Atomic Absorption Spectrophotometric Determination of Lead in Indoor Dust

CHEN Zhi-ming, MO Zhao-yu, XIE Hong, MAO Jing-ying, LIN Hua, WEI Yan-hong
(Environmental Protection Research Institute of Guangxi, Guangxi Nanning 530022, China)

Abstract: Using small brush method to collect general residents' indoor dust and using common acid decomposition method to process samples, with ammonium dihydrogen phosphate and magnesium nitrate as matrix modifier, graphite furnace atomic absorption spectrophotometric method was adopted to determine the lead in indoor dust. At the same time, quality control method such as quality control sample detection and recovery were used. It was concluded that the method's standard curve had good linearity, high recovery and good repeatability, and was suitable for the determination of lead in indoor dust.

Key words: graphite furnace; atomic absorption; lead; indoor dust

铅广泛存在于环境中。在现代社会中, 全世界每年大约消耗 400 万吨铅, 其中 40% 用于制造铅蓄电池, 20% 以烷基铅的形式假如汽油中作抗爆剂, 12% 用作建筑材料, 6% 用作电缆外套, 5% 用于制造弹药, 17% 用于其它 (如用于制造铅笔、放射性的屏蔽材料、油漆、颜料等)。上述铅制品仅有 1/4 重新回收利用, 其余大部分以各种形式排放到环境中, 因而人们的铅暴露机会极多。同时由于铅在环境中难以降解, 半减期可达几年到几十年, 并可通过水、空气、土壤和食物链进入人体。铅进入人体后可以长期蓄积, 进而对人体产生危害, 表现出程度不一的铅中毒症状^[1]。

房间作为人的主要活动场所, 室内环境的质量与人体健康有必然的联系, 其中室内积尘作为人体皮肤暴露重要的载体, 室内积尘中铅的含量的高低对于室内环境健康风险评价有着重要的意义。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

ZEEit 700 型原子吸收光谱仪, 德国耶拿分析仪器有限公司; 横向加热石墨炉及自动进样器, 德国耶拿分析仪器有限公司; 耶拿涂层石墨管, 德国耶拿分析仪器有限公司; 铅空心阴

极灯, 德国耶拿分析仪器有限公司; 赛多利斯 BT224S 型电子分析天平。

1.2 试剂

盐酸 (优级纯), 国药集团; 硝酸 (优级纯), 国药集团; 高氯酸 (优级纯), 国药集团; 铅标液 (1000 mg/L), 国家标准物质中心; 铅标准使用液 (40 g/L), 用 0.5% 稀硝酸将铅标液逐级稀释所得; 土壤标准样品 (ESS-2~3), 国家标准物质中心。

2 实验

2.1 样品采集

室内积尘主要采自一般广西南宁市居民家, 用细毛小板刷清扫居民家中窗台、桌面、墙角等, 积尘主要是经自然沉降的为主, 尽量避免采集因人员行走从鞋上带来户外泥土, 采集量约 5 g, 混合于密封袋。

2.2 样品的制备

所采集的样品按土壤环境监测技术规范要求制样, 采用普通酸分解法处理样品^[2]。

准确称取 0.2000 g 样品于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 盐酸于电热板中低温消解至约 1 mL 液体。冷却后加 8 mL 硝

作者简介: 陈志明 (1965-), 女, 大学本科、高级工程师, 主要从事环境监测、环境影响评价和环境科研工作。

通讯作者: 莫招育 (1980-), 男, 工程师, 硕士学位, 主要从事环境监测和环境科研工作。

酸、5 mL 氢氟酸和3 mL 高氯酸，中温加热继续消解至粘稠状。最后加约2 mL 硝酸高温消解至样品溶液澄清透明。用0.5% 稀硝酸将样品定容至50 mL 容量瓶，备用^[3]，同时采用。

2.3 测试条件

(1) 原子吸收工作仪器条件见表1，载气为Ar（高纯级），测量方式为峰面积，采取Zeeman 扣除背景，样品进样为10 μL，基体改进剂为2 μL。

表1 原子吸收工作仪器条件

波长/nm	狭缝/nm	灯电流/mA	高压/V
283.3	0.8	4.0	290

(2) 石墨炉工作程序见表2。

表2 石墨炉工作条件

步骤	温度/℃	时间/s	气体流量/(L/min)
干燥	75	29.8	0.4
干燥	95	26.7	0.4
干燥	110	17.5	0.4
灰化	600	11.6	0.4
归零	600	4	0
原子化	1600	4.7	0
除残	2100	5.6	0.4

2.4 标准曲线的绘制

使用仪器自动稀释进样，把40 标准使用液稀释成8、16、24、32 和40 g/L 的标准系列，使用0.5% 的稀硝酸作为标准空白，进行标准曲线绘制。标准曲线为Y = 0.0036X + 0.0017，相关系数为0.9998。

表3 标准系列吸光度

浓度/(μg/L)	吸光度 Abs
0	0.0017
8	0.0308
16	0.0592
24	0.0901
32	0.1193
40	0.1466

3 实验结果与讨论

3.1 样品分析结果

经实验分析，南宁市一般居民家室内积尘中铅含量17.3 ~ 34.5 mg/kg，试验中同步进行标准样品分析，分析结果在质量控制范围内，分析结果见表4。

表4 样品分析结果

样品序号	石墨炉原子吸收法结果/(mg/kg)
样品1	17.3
样品2	26.7
样品3	34.5
样品4	21.4
样品5	24.5
ESS-2（质控样）	30.0
ESS-3（质控样）	32.8

3.2 精密度实验

对同一样品连续测定8 次，记录吸光度值Abs（见表5），RSD 为0.2%，精密度高。

表5 精密度实验结果

项目	Abs	RSD/%
1	0.1221	0.2
2	0.1194	
3	0.1238	
4	0.1215	
5	0.1181	
6	0.1198	
7	0.1228	
8	0.1234	

3.3 回收率实验

选取实验空白、2 个样品和质控样品分别进行不同浓度的回收率实验（见表6），回收率为94.8% ~ 104%。

表6 加标分析结果

样品序号	称样量/g	原始含铅量/μg	加标量/μg	检测量/μg	回收率/%
空白	0	0	0.50	0.51	102
样品1	0.20	3.46	2.50	6.05	104
样品4	0.20	4.28	4.00	8.07	94.8
ESS-2	0.20	6.08	6.00	12.10	100
ESS-3	0.20	6.64	6.00	12.50	97.7

4 结 论

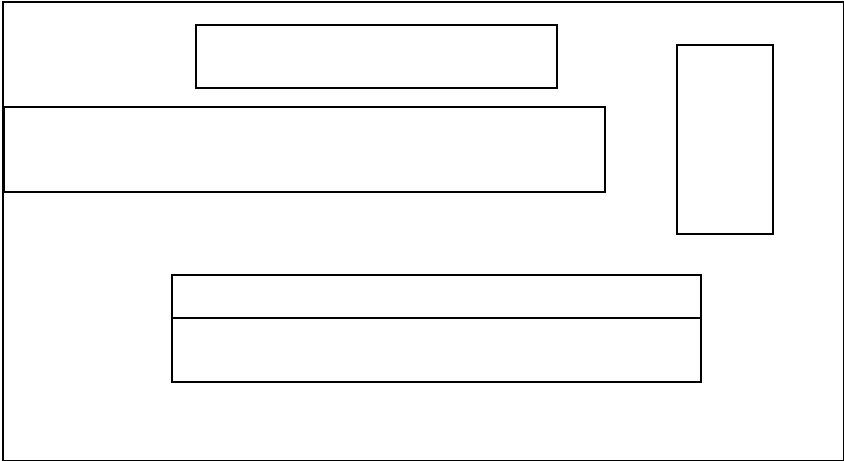
该实验采用普通酸分解法处理样品，以磷酸二氢铵和硝酸镁做基体改进剂，应用石墨炉原子吸收法测定室内积尘中的铅。结果表明，该方法可靠、回收率高、操作简便、易于推广。

参考文献

[1] 陈学敏,杨克敌. 现代环境卫生学(第2 版)[M]. 北京:人民出版社,2008:1327.
[2] 国家环境保护总局. HJ/T166-2004 土壤环境监测技术规范[S].
[3] 刘凤枝,刘潇威. 土壤和固体废物监测分析技术[M]. 北京:化学工业出版社,2007:260.

ded

滴



Drdrdr