

巯基棉分离富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES)测定高盐体系中痕量的铅、镉

张宁 郭秀平 申玉民 姜云军

(河北省地矿中心实验室,河北保定071051)

摘要 采用巯基棉富集分离,电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定了高盐水样中痕量的铅、镉。研究表明,pH值为7时,巯基棉同时富集铅、镉的效果最好,可成功分离基体元素,以盐酸(1.5 mol/L)溶液洗脱,铅、镉的加标回收率在95.0%~105.0%,相对标准偏差RSD为3.8%~9.7%。

关键词 巯基棉;铅;镉;ICP-AES;高盐

中图分类号:O657.31;TH744.11 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2013)04-0032-03

Determination of Trace Pb and Cd in High Salinity Water by ICP-AES with Sulfhydryl Cotton Separation and Preconcentration

ZHANG Ning, GUO Xiuping, SHEN Yumin, JIANG Yunjun

(Hebei Central Laboratory of Geology and Mineral Resources, Baoding, Hebei 071051, China)

Abstract In this paper, trace Pb and Cd in high salinity water was determined by ICP-AES. Sulfhydryl cotton was used for sample separation and preconcentration purpose. The results show that at pH=7 the best enrichment effect for both trace Pb and Cd was achieved and the matrix elements were also separated after the column was washed with 1.5 mol/L HCl solution. The recoveries for Pb and Cd were in the range of 95.0%~105.0% and the RSDs were between 3.8% to 9.7%.

Keywords sulfhydryl cotton; lead; cadmium; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; high salinity

0 前言

铅、镉是对人体有害的元素,监测水体中铅、镉含量是农业及环保部门的重要课题。目前,冶金废水中重金属的处理工艺主要采用化学沉淀法,化学处理后金属元素含量变得极低,有时甚至会低于仪器的检出限,加之此类工艺在体系中引入大量的盐分,给常规的痕量测定方法带来一定的困难^[1-3],因此对此类高盐水样进行预富集和分离基体处理就显得非常必要。巯基棉富集因其具有廉价、方便且效果良好等优点,被广泛应用于各种分离富集体

系^[4-7]。本文采用巯基棉富集重金属元素,达到与钠盐基体分离的目的,ICP-AES法测定了冶金废水经化学处理后高盐水样中痕量的铅、镉。研究了巯基棉同时富集铅、镉的条件,洗脱条件,通过选择仪器的最佳工作条件,用拟定的方法测定了高盐水样中痕量的铅、镉,加标回收率达95.0%以上。

1 实验部分

1.1 仪器及主要工作参数

Optima 2100DV 电耦合等离子体发射光谱仪(美国PerkinElmer公司),宝石喷嘴交叉雾化

器。仪器的最佳工作条件为功率 1 300 W, 等离子气流量 15 L/min, 辅助气流量 0.2 L/min, 雾化器流量 0.8 L/min, 蠕动泵转速 1.5 mL/min。

1.2 试剂

盐酸(分析纯)、氨水(分析纯)、铅、镉标准储备溶液(100.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 中国计量科学研究院)。

铅、镉标准工作溶液: 取一定量的标准储备溶液分别配制成质量浓度分别为 0.00, 1.00, 3.00, 5.00, 10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 0.00, 0.10, 0.30, 0.50, 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液。

1.3 实验方法

1.3.1 巯基棉及巯基棉吸附柱的制备

巯基棉采用经典的制备方法, 见文献^[8]。取制得的巯基棉 0.1 g, 塞于漏斗颈部(长度约 3~4 cm), 用蒸馏水洗涤 2 次, 调节流速约 2 mL/min。

1.3.2 样品处理

取 100 mL 样品溶液于 150 mL 的烧杯中, 用稀氨水调节 pH 值为 7, 以流速 15 mL/min 通过巯基棉柱, 用去离子水洗烧杯和吸附柱各三次, 吸附完毕, 弃去流出液。以盐酸(1.5 mol/L)溶液分别以 2, 1 mL 各三次淋洗巯基棉上吸附的被测离子, 洗脱液接在带有刻度的比色管中, 以去离子水定容至 10 mL, 摇匀, 待测。按上述方法制备两个空白溶液。

2 结果与讨论

2.1 谱线的选择

研究被测元素谱线的轮廓图形, 观察谱线附近的干扰及背景影响情况。通过查阅谱线表, 选择被测元素较为灵敏、背景低、信背比高、检出限低的谱线 220.353 nm 和 228.802 nm 分别作为铅和镉的分析用谱线。

2.2 pH 值对巯基棉吸附的影响

在 pH 值 4~9 的范围内, 分别取 10 μg 铅、1 μg 镉进行了巯基棉的富集实验, 结果见表 1。数据表明, pH 值为 7 时, 巯基棉对元素富集的效果好, 可定量回收。

2.3 溶液流速对吸附的影响

取含待测离子的混合溶液, 实验分别以 4~30 mL/min 的流速通过巯基棉吸附柱, 发现元素可定量回收, 回收率在 98.0%~101.0%, 实验中选择调节流速为 15 mL/min。

表 1 pH 值对巯基棉吸附的影响

Table 1 Effect of pH on the adsorption of sulfhydryl cotton

pH 值	回收量/ $(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$		回收率/%	
	铅	镉	铅	镉
4	0.90	0.02	9.0	2.0
5	0.41	0.02	4.1	2.0
6	9.02	0.02	90.2	2.0
7	9.67	1.00	96.7	100.0
8	7.99	0.93	79.9	93.0
9	8.03	0.96	80.3	96.0

2.4 巯基棉吸附容量

称取 0.1 g 巯基棉填柱数份, 加入不同量铅、镉标准过柱吸附, 进行测量。结果表明, 0.1 g 巯基棉可同时吸附 50 μg 铅, 4 μg 镉。所以本实验采取 0.1 g 巯基棉(若元素含量高, 可适当增加用量)。

2.5 盐酸浓度对洗脱效果的影响

比较了用不同浓度的盐酸为洗脱剂时测定元素的回收效果, 结果见表 2。数据表明盐酸浓度在 0.5~4.0 mol/L 时, 铅、镉均有较高回收率。

表 2 盐酸浓度对洗脱效果的影响

Table 2 Effect of hydrochloric acid concentration on elution efficiency

盐酸浓度/ $(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	回收率/%	
	铅	镉
0.2	114.4	109.0
0.5	104.0	103.0
1.0	109.6	107.0
1.5	102.4	103.0
2.0	96.0	102.0
3.0	98.4	99.0
4.0	102.4	99.0

2.6 盐酸淋洗方式的选择

用 1.5 mol/L 的盐酸分别以不同的方式淋洗巯基棉吸附柱, 结果表明以 2 mL, 1 mL 各三次的方式淋洗, 回收率较高。

2.7 基体对富集及测试的影响

废液的化学处理工艺将大量硫酸钠基体引入到样品中, 因此考察在 100 mL 模拟液(含 10 μg 铅、1 μg 镉)中分别加入不同量的硫酸钠, 按实验处理后的回收情况, 见表 3。研究表明经巯基棉柱处理后, 巯基棉可有效地分离基体元素, 对待测元素富集的效果显著, 回收情况较好。

2.8 加标回收实验

取 100 mL 水样, 加入铅、镉标准溶液, 按实验方法分析, 结果(见表 4)表明采用巯基棉分离富集法回收情况良好, 加标回收率达 95.0%~105.0%。

表 3 基体的影响情况

Table 3 Matrix effects

硫酸钠含量/(g·L ⁻¹)	回收率/%	
	铅	镉
0	100.0	100.0
20	88.7	97.2
50	111.3	100.0
70	113.4	100.0
100	111.3	98.2

2.9 方法的精密度实验

平行取 12 份水样,按实验方法处理及测定,并

对结果进行统计,计算其相对标准偏差 RSD,结果见表 5。

3 结语

采用巯基棉成功分离了基体元素,富集待测离子,利用电感耦合等离子体发射光谱法测定高盐水样中痕量的铅和镉。方法快速、准确、经济,可满足环境监测工作要求。

表 4 加标回收实验

Table 4 Standard addition recovery tests

样号	水样含量		标准加入量		测定值		回收率/%	
	铅	镉	铅	镉	铅	镉	铅	镉
	1	2.50	0.15	2.00	0.20	4.45	0.34	97.5
2	2.01	0.20	2.00	0.20	4.05	0.39	102.0	95.0
3	2.46	0.25	2.00	0.20	4.40	0.46	97.0	105.0
4	3.02	0.15	2.00	0.20	4.98	0.34	98.0	95.0

表 5 精密度实验结果

Table 5 Precision tests

元素	测定值												平均值	RSD/%
铅	2.80	3.02	3.00	2.81	3.04	2.99	2.95	3.07	3.10	2.94	2.85	3.15	2.98	3.8
镉	0.15	0.16	0.14	0.13	0.15	0.18	0.16	0.15	0.14	0.16	0.13	0.14	0.15	9.7

参考文献

- [1] 杨朝勇,陈发荣,庄峙厦,等. 微柱固相萃取-电感耦合等离子体质谱联用技术用于测定高盐样品中痕量的铅[J]. 厦门大学学报,2001,40(5):1062-1066.
- [2] 张辉,朱爱美,张俊,等. 高盐分海洋沉积物样品洗盐预处理方法的研究[J]. 海洋科学进展,2012,30(3):423-431.
- [3] 张宁. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定矿石中的钨钼[J]. 冶金分析,2010,30(10):25-28.
- [4] 张莹,石敏. 巯基棉分离富集-火焰原子吸收光谱法测定钠盐试剂中的痕量镉[J]. 光谱实验室,1997,14(6):

54-57.

- [5] 张莹,彭茵,佟淑娟,等. 巯基棉分离富集-火焰原子吸收光谱法测碱土金属试剂中的痕量铅[J]. 化学试剂,1997,19(2):92-94.
- [6] 费书香. 巯基棉富集-原子吸收光谱法测定尿中铅[J]. 铁道劳动安全卫生与环保,1989(4):55-57.
- [7] 戴开平,李焰,施文赵. 巯基棉纤维分离、衍生气相色谱法测定痕量砷(Ⅲ)和砷(Ⅴ)[J]. 分析化学,1992,20(2):165-168.
- [8] 陈永欣,黎香荣,杨俊,等. 新型巯基棉分离富集-ICP-AES法测定含铜物料中的金、银[J]. 黄金,2009,30(2):49-52.