

生活饮用水中重金属铅含量的石墨炉原子吸收测定方法探讨

王佩佩

吉林市船营区疾病预防控制中心

DOI:10.32629/eep.v8i10.2906

[摘要] 目的: 探究生活饮用水中重金属铅含量的石墨炉原子吸收测定方法。方法: 使用石墨炉原子吸收检测方法进行研究。对生活饮用水样本进行预处理, 去除杂质和干扰物质, 之后检测铅含量。结果: 实验构建的铅标准曲线线性良好($R>0.999$), 加标回收率95%~105%, 灵敏度高, 测定结果准确可靠。结论: 石墨炉原子吸收法灵敏度高、测量准确, 可以满足饮用水安全监测的要求。

[关键词] 生活饮用水; 重金属铅; 检测方法

中图分类号: V448.15+1 文献标识码: A

Discussion on the Determination Method of Heavy Metal Lead Content in Drinking Water by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

Peipei Wang

Jilin City Chuanying District Center for Disease Control and Prevention

[Abstract] Objective: To explore the determination method of heavy metal lead content in drinking water by graphite furnace atomic absorption spectrometry. Method: The research was conducted using the graphite furnace atomic absorption detection method. Pre-treat the samples of domestic drinking water to remove impurities and interfering substances, and then test the lead content. Result: The lead standard curve constructed in the experiment had good linearity ($R>0.999$), with a spiked recovery rate of 95% to 105%, high sensitivity, and accurate and reliable determination results. Conclusion: Graphite furnace atomic absorption spectrometry has high sensitivity and accurate measurement, and can meet the requirements of drinking water safety monitoring.

[Key words] Drinking water for daily use; Heavy metal lead; Detection method

随着工业化进程的不断推进, 环境污染问题日益严峻, 特别是重金属污染引起了广泛的关注。铅作为一种典型的有毒重金属, 因其在生产制造、交通排放以及废物处理的过程中被广泛应用, 已经成为生活饮用水中重要污染物。铅的累积会对人体健康产生神经系统、造血系统等方面的危害, 特别是对儿童的神经系统发育造成不可逆转的损伤^[1]。所以, 准确、灵敏地检测饮用水中铅含量, 对于保证公共健康和环境安全具有重要意义。现阶段, 检测饮用水中重金属铅的方法较多, 包括离子选择电极法、火焰原子吸收光谱法等。其中, 石墨炉原子吸收光谱法因其灵敏度高, 检测限低而被广泛应用。石墨炉技术可能实现对极低浓度铅的精准测定, 适合监测饮用水中的微量铅污染。然而, 现阶段该方法依然面临一些实际问题。样品基体复杂, 可能导致基体方面的干扰, 使得测定结果产生偏差。另外, 该方法的操作步骤相对复杂, 不仅流程繁琐, 而且对实验环境条件和操作人员的技术水平也提出了较高的要求, 从而在一定程度上限制了检测效率的提高^[2]。基于此, 本研究目的在于探究生活饮用水中重金属铅含量

的石墨炉原子吸收测定方法, 如下可见。

1 资料与方法

1.1 实验设备及试剂

1.1.1 实验仪器

AA-6880系列原子吸收分光光度计(带自动进样器)。样品前处理设备主要用于实验样本的初步制备, 包括过滤器和混合器等工具, 以确保实验材料的均匀性和纯净度。微波消解仪可高效分解样品组织, 释放其中的铅元素, 为后续检测创造条件。恒温水浴装置则用于实验过程中维持样品和试剂所需要的稳定温度, 保证反应条件一致。电子分析天平用于精确称量所需的样本和试剂, 保证实验数据方面的准确性。移液管与容量瓶则用于精细地分取和稀释溶液。

1.1.2 实验试剂

铅标准储备液浓度为1000mg/L, 铅标准工作液的浓度为0.100mg/L, 由储备液按比例逐级稀释获得。所用硝酸浓度为质量分数1%。硝酸镁溶液浓度为1000mg/L, 由PE公司提供的浓度为

10000mg/L的硝酸镁标准液稀释而成。磷酸二氢铵溶液配制浓度为10g/L, 原料为PE公司提供的10%质量分数磷酸二氢铵。所用混合液由10g/L磷酸二氢铵与600mg/L硝酸镁组成, 两者均来源于PE公司, 并按比例混合配制。

1.1.3 仪器工作条件

测定时选择波长为283.3nm, 狭缝宽度设定为0.7nm, 参比溶液为质量分数为1%的硝酸溶液。仪器工作时, 灯电流设置为10mA, 氩气的流速控制在0.25L/min。

1.2 实验步骤

1.2.1 样品预处理

根据实验方面的具体需求, 应当合理的选取样品的预处理方式。对于水体样本, 一般通过过滤或者沉降等步骤, 去除其中的悬浮颗粒和杂质, 便于后续的测量。

1.2.2 校准曲线绘制

使用铅元素标准溶液配制一系列浓度的标准样品, 利用石墨炉原子吸收光谱法分别测定吸光度, 并且根据此绘制标准的工作曲线, 用于后续的样品中铅含量的定量分析。

1.2.3 样品测定

将预处理后的水样注入石墨炉原子吸收分光光度计, 测定其吸光度值, 并且结合标准曲线换算出水样中铅的具体含量。

1.2.4 结果计算

根据测得的吸光度值, 结合预先建立的标准曲线, 推算出水样中铅元素的具体浓度。

1.2.5 数据整理和分析

实验完成后, 对实验的数据资料进行整理、统计和分析, 并撰写实验报告。判断水中铅的含量是否在国家相关限值或安全标准以内, 以此对其饮用安全性进行评估。

1.2.6 实验质量控制

为保证检测数据的准确可靠, 需要执行一系列的质量控制措施, 包括设置空白样本、进行平行样测试以及加标回收率试验等, 确保实验操作符合规范要求。

以1%硝酸为基质, 经过稀释后配制标准液使用。实验中, 设置检测波长为284nm, 灯电流为10mA, 狭缝宽度为0.7nm, 进样量为10, 使用背景校正模式, 温度设定为: 先在120℃下干燥10秒, 恒温20秒后升温到800摄氏度进行灰化, 再次加热10秒, 维持20秒后进入1800℃的原子化阶段。最终在2300℃下通过高效热解完成清除步骤, 操作过程稳定可靠, 适用于目标元素的精确测定。

取1.00 mg/L铅标准溶液分别加入0、0.25、0.50、1.00、2.00、3.00 mL至6个100 mL容量瓶中, 随后加入稀释硝酸液(体积比1:99)定容至刻度, 并且充分的摇匀。最终配制成浓度分别为0、2.50、5.00、10.00、20.00、30.00 μg/L的铅标准溶液系列, 用来后续测定分析。该方法操作简便, 适合标准曲线的建立和铅含量的准确测量。

2 结果

2.1 线性范围和精密度

实验结果表明, 铅的标准曲线线性关系良好, 线性相关系数超过0.999, 表明浓度与吸光度之间具有高度相关性。在预设的线性范围内, 各个浓度点测定值之间的相对偏差比较小, 精密度良好。

2.2 加标回收率

实验结果表明回收率介于95%~105%, 说明所有方法具有较高的准确性和可靠性。

2.3 灰化温度和原子化温度

实验中, 灰化温度设定为800℃, 原子化温度为1800℃。合理的温度利于样品的充分处理和原子化, 提高分析过程中的灵敏度、准确性。

2.4 重金属铅的吸光度

实验中测得不同浓度铅溶液的吸光度值分别为: 0 μg/L时为0.0028, 2.50 μg/L为0.0188, 5.00 μg/L为0.0340, 10.00 μg/L为0.0625, 20.00 μg/L为0.1111, 30.00 μg/L为0.1610。同时, 标准样本的吸光度也被记录。结果显示, 铅浓度与吸光度呈明显正相关, 随着铅浓度的增加, 吸光度逐步升高, 表明测定方法对铅的检测具有良好的线性响应。

3 讨论

吸光度值作为实验测定中核心的指标之一, 可直接反映样品中重金属铅的含量, 是分析结果准确与否的重要依据。在石墨炉原子吸收光谱(GFAAS)分析过程中, 通过测定样品溶液的吸光度, 可以精准地推算出铅元素的浓度, 从而对样品的污染程度或者成分含量进行评估。但是, 吸光度值的准确性并非单纯地依赖于测量本身, 还受到多种内外因素的影响。仪器的稳定性、光源强度、波长选择的准确性以及石墨炉的加热程度等都会影响到光吸收的灵敏度和准确性^[3]。另外, 实验样品制备以及溶液浓度等也会对吸光程度产生影响。比如, 样品溶液中存在干扰物质可能导致吸光度偏差, 从而影响到最终的测定结果。再者, 实验操作的规范性和技术人员的熟练程度也是保证数据准确性的重要因素。样品的取样、制备过程中任何细微误差都会累积, 最终反映到吸光度值上。为了提高吸光度测定方面的准确度, 实验前的充分准备和严格的质量控制不能忽视。首先应对仪器进行校准, 包括使用的标准溶液校准仪器灵敏度以及线性范围, 保证测量的结果具有可靠性。其次, 建立完善的实验流程, 规范样品处理的步骤, 尽量地降低人为误差。在实验的过程中还应当设置空白对照和重复样本, 以监控数据的稳定性和重复性。对于实验环境如温度、湿度的控制也可以间接地保证仪器和试剂的性能稳定性^[4]。另外, 技术人员应当接受系统性的培训, 熟悉操作规程, 严格执行标准化的检测方法。

石墨炉原子吸收法作为一种具有较高灵敏度的元素分析技术, 在水质中铅含量的检测方面具有明显的优势。铅作为一种环境污染物, 长期存在于水体中会对人体健康和生态环境两个方面造成严重的威胁。所以, 准确、快速地检测水中铅含量成为环境监测和安全保障的重要环节。第一, 石墨炉原子吸收法具有较高的灵敏度, 可以检测出极低浓度的铅离子。常规的分析方法难

以满足痕量元素检测方面的需求,而GFAAS通过石墨炉高温原子化技术,可以较大幅度地提高检测方面的灵敏度。检测限值通常可以达到微克甚至纳克级别。这种高灵敏度使得环境监测部门可以及时地发现水源中的微量铅污染,从而采取有效的治理措施,避免铅对人体健康方面造成潜在的危险^[5]。该方法较高的灵敏度可以满足生活饮用水检测方面的标准要求,有利于保障居民饮用水安全。还能为水质监督和防治污染提供可靠数据支撑,助力维护水环境安全。另外,石墨炉原子吸收法在生活饮用水中重金属铅含量检测的准确性方面也表现明显的优势。该方法通过加标回收实验对样品进行检验。这样可以有效地校正测量过程中可能会出现误差,从而保证实验的结果具有可靠性和重复性。加标回收率的高低也直接地反映了各方面的准确度。GFAAS在许多研究中也表现出良好的回收率,说明其测定结果具有可信性。准确的检测结果不仅有利于科学评估水体污染方面的状况,也为相关环保政策制定提供了坚实的数据支持。再者,该技术适用的范围较为广泛,可以对不同类型的水样进行有效的检测。不管是地表水、地下水,还是工业废水和生活污水,石墨炉原子吸收法都可以实现铅的准确测定。其对样品基体的适应能力较强,可以处理复杂的水质环境,从而避免基体干扰对测定结果方面的影响^[6]。比如:在含有较多有机物或悬浮颗粒的废水样品中,通过适当的前处理,GFAAS依然能保持较高的检测精度和灵敏度。这种较为广泛的实用性使其成为水环境监测中不可或缺的分析工具。另外,操作简便作为石墨炉原子吸收法的优势。该方法的实验流程相对简单,设备结构紧凑,操作人员经过适当地培训后马上可以熟练的掌握。相较于其他高端分析仪器,GFAAS对于实验室环境方面的要求较低,并且维护成本相对合理。与此同时,石墨炉原子吸收法的自动化程度比较高,可以有效实现样品的自动化进样和数据处理,从而较大幅度地提高工作方面的效率。在重复性方面,石墨炉原子吸收法同样表现得更加出色。通过多次测定同一水样。结果的波动范围较小,表现出较为良好的稳定性和可靠性。这种良好的重复性对于环境监测方面十分重要。所以长期的检测数据的可比性和一致性都直接地关系到水质变化趋势方面的准确判断。精准的检测有利于环境监管部门制定科学合理的防治措施,从而推动水环境质量进行持续的改进。

检测过程中需要注意的事项:①容积系统的选择需要保持一致性,所需酸需要来自同一厂家和批次,去离子水也必须选择同一超纯水设备,保证与样品以及空白液酸度相同。这样可以有效地控制溶剂系统带来的测量误差,保证实验的结果具有稳定性。②加标回收实验通过跟样品中添加已知的标准物质,测定回收率来进一步验证方法的准确性,并且可以发现系统性方面的误差。因为铅属于痕量元素,极易在样品处理或分析过程中发生

挥发或吸附损失。建议同时进行加标回收实验,加标量为样品中铅含量的一半,确保数据具有可靠性。③在石墨炉原子吸收法中,灰化温度和原子化温度作为关键性参数^[7-8]。用户设定不同的温度梯度,测量吸光度的变化,筛选出最佳的温度组合,从而显著提升检测的灵敏度与准确性。④仪器以及玻璃器皿的清洁度对结果影响明显。为了防止铅残留造成的干扰,在实验前必须彻底地清洗,保证无污染。⑤测量的过程中需要保证样品充分进样,重复性良好,实验环境无污染,原子化完全,保证检测数据方面的准确性。⑥质量控制环节不可忽视,包括空白对照、平行样品检测等,可以有效地降低误差,提高数据方面的可靠性。⑦操作人员应当具备安全意识,熟悉仪器方面的操作规范,严格的遵守实验室安全规范,保证实验可以安全顺利地进行^[9-10]。

综上所述,生活饮用水中铅的检测方法较多,如原子吸收、ICP-AES、ICP-MS等,需结合实际选择。本次研究结果显示,石墨炉原子吸收法检测铅具有灵敏度高、准确性强、适用性广、操作简便及重复性好的优势,但需严格控制实验条件,以保证数据的可靠性与准确性。

[参考文献]

- [1]管琛.生活饮用水中重金属铅检测方法研究[J].实验室检测,2024,2(04):45-48.
- [2]张睿.关于生活饮用水中金属元素检测方法分析及质量控制探讨[J].当代化工研究,2024,(04):50-52.
- [3]刘桦茜,莫秋云,唐昭领.ICP-MS和GFAAS检测生活饮用水中镉、铬、铅的方法比较[J].食品安全导刊,2023,(11):72-75.
- [4]李秀娟,杜沿沿.生活饮用水中水质检测的发展与现状分析[J].现代食品,2023,29(06):152-154.
- [5]黄伟声,黄叶薇,吴思林.ICP-MS法同时测定生活饮用水中18种元素[J].食品安全导刊,2023,(08):31-33.
- [6]蔡美,朱剑妮,曹欣,等.生活饮用水中金属及其他监测指标间的相关性研究[J].环境卫生学杂志,2023,13(02):128-133.
- [7]贾茹,孙茜,雷佩玉,等.陕西省农村生活饮用水中重金属元素的健康风险评估[J].临床医学研究与实践,2022,7(36):31-33+38.
- [8]谢晓岚,袁蕙霞.青海生活饮用水中矿质元素含量检测以及主成分分析[J].中国无机分析化学,2023,13(01):54-60.
- [9]杨姣兰,曹宁涛,王君.生活饮用水中铅检测的实验室间比对[J].卫生研究,2022,51(05):829-833.
- [10]周永涛,邹红妹.生活饮用水中重金属检测的重要性分析[J].质量与安全检验检测,2022,32(03):157-158.

作者简介:

王佩佩(1988--),女,汉族,吉林省四平市人,本科,中级职称,研究方向:医学检验。