

活性炭吸附富集-火焰原子吸收分光光度法测定 河水中微量铅、锌、镉、铜、镍的探讨

刘兴安

(广东省佛山市环境保护监测站)

水中微量铅、锌、镉、铜、镍的测定,一般采用萃取法、加热浓缩法等。本文是利用活性炭在大体积水相中有吸附微量重金属的能力,富集河水中微量铅、锌、镉、铜、镍。探讨了吸附时pH条件、活性炭用量、洗脱条件及共存离子的影响,研究结果表明:镉、铅的富集浓度为0.002mg/L;锌、铜、镍的富集浓度为0.005mg/L。

1. 仪器和试剂

铅、锌、镉、铜、镍标准溶液。

粉状活性炭(层析用) 使用前用浓硝酸(优级纯)浸泡半小时,并不断搅拌。然后倾去硝酸,用1N NaOH溶液洗至中性,再用去离子水洗几遍,低温烘干备用。

GGX-2型原子的吸收分光光度计(北京地质仪器厂)。

铝、锌、镉、铜、镍空心阴极灯。

2. 测定条件(见表1)

表1

元素	铅	锌	镉	铜	镍
吸收波长(A)	2833	2139	2288	3248	2308
灯电流(mA)	2.0	2.0	2.0	2.0	5.0
狭缝(mm)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.05
空气流量(L/min)	7.0	7.0	7.0	7.0	7.0
乙炔流量(L/min)	2.0	1.0	1.0	1.25	1.5
喷雾速度(ml/min)	5.6	5.6	5.6	5.6	5.6
燃烧高度(cm)	6.0	6.0	7.0	6.0	8.0
灵敏度	5ppm/0.13A	0.2ppm/0.13A	0.5ppm/0.28A	1ppm/0.17A	1ppm/0.18A

3. 操作步骤

取一定量水样加4—5滴酚红指示剂,用2N NaOH调至溶液呈鲜红色(pH~8),摇匀。加入活性炭(1L溶液约加0.5g),摇匀,静置5min后,再摇匀后过滤。用少量去离子水淋洗活性炭2—3次,弃去滤液,再用15ml 1:3硝酸分三次淋洗活性炭,最后用

10ml去离子水洗涤。将酸洗脱液及去离子水收集在25ml容量瓶中, 定容, 然后进行测定。

4. 条件试验

4.1 溶液pH的选择

取金属混合标准溶液(铅、镉20ppm; 锌、铜、镍50ppm) 0.5ml 加入1L去离子水溶液若干份, 分别用2N NaOH调节不同pH值, 按上述步骤进行测定(图1), 从图1看出pH~8为最好。

4.2 活性炭用量

将处理过的活性炭按不同用量加入1L已调节好pH值并含有一定量金属标准液的水溶液若干份, 按操作步骤进行测定。从图2可以看出, 活性炭用量为1L溶液中加入0.5g即可。

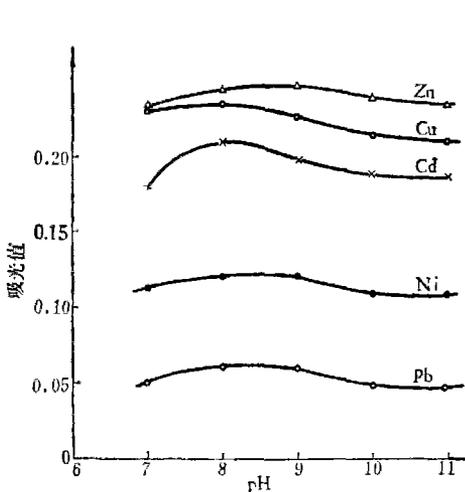


图 1

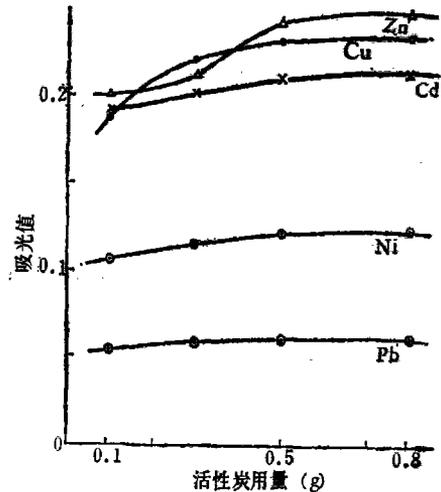


图 2

4.3 酸洗脱条件

取1L加入0.5ml金属混合标准液的去离子水若干份, 在酸洗脱时, 分别用不同浓度的酸洗脱活性炭, 结果如图3。从图3可以看出用1:3硝酸洗脱较好。

4.4 工作曲线的绘制

分别加入0、0.1、0.2、0.5、2.0ml混合标准液于25ml容量瓶中, 加入1ml 1:1硝酸, 用去离子水稀释至刻度, 绘制工作曲线(图4)

4.5 共存离子的影响

重金属: 溶液中Pd、Cd在1.6ppm; Cu、Zn、Ni在4ppm范围内灵敏度未见明显影响, 故以此比例配成混合标准溶液。

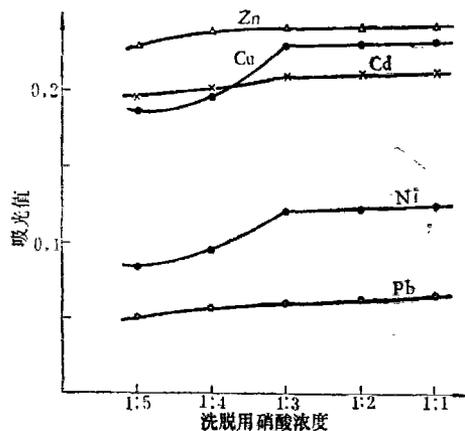


图 3

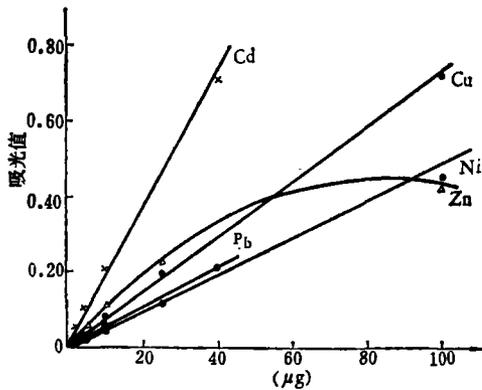


图 4

镁：加入200mg Mg (以MgSO₄形式加入)与未加入比较,其结果 Cd下降6%、Cu下降10%、Ni下降8%、Pb、Zn基本不受影响。

4.6 回收试验

取去离子水(1L)若干份,分别加入0.1、0.2、0.5、2.0ml 混合标准溶液,按水样分析步骤进行测定,其回收率见表2。

4.7 河水中有毒重金属的测定

取1L 河水样,按分析步骤多次测定,结果列于表3。对河水中各元素测定的回收

表 2

元素 加入量 (μg)	Cu		Zn		Ni		元素 加入量 (μg)	Pb		Cd	
	测得量 (μg)	回收率 (%)	测得量 (μg)	回收率 (%)	测得量 (μg)	回收率 (%)		测得量 (μg)	回收率 (%)	测得量 (μg)	回收率 (%)
5	4.75	95	4.9	98	4.8	96	2	1.88	94	1.8	90
10	10.2	102	10.5	105	9.8	98	4	4.28	107	4.16	104
52	25.25	101	25	100	24.5	98	10	10.7	107	9.9	99
100	97	97	98	98	97	97	40	39.2	98	38.8	97

表 3

分析结果 测定次数	元素 (mg/L)	Cd	Zn	Ni	Pb	Cu
		1	0.0003	0.0025	0.0012	0.0027
2	0.0002	0.0027	0.0010	0.0027	0.0046	
3	0.0002	0.0022	0.0018	0.0023	0.0043	
4	0.0004	0.0.27	0.0012	0.0022	0.0046	
5	0.0002	0.0025	0.0016	0.0022	0.0042	
平均结果	0.0003	0.0025	0.0014	0.0024	0.0045	
标准偏差	0.0001	0.0003	0.0004	0.0003	0.0002	
标准加入量 (μg)	10	25	25	10	25	
测得量 (μg)	9.5	23.8	24.1	9.2	23.8	
回收率 (%)	95	95	96	92	95	

率均在90%以上,比较适用于地面水的环境监测。