

doi:10.3969/j.issn.1673-9833.2012.05.023

# 石墨炉原子吸收法测定湘江水中的钡

蒋辉云<sup>1</sup>, 郭霞<sup>1</sup>, 汤根平<sup>1</sup>, 胡舜钦<sup>2</sup>

(1. 株洲市环境监测站, 湖南 株洲 412007; 2. 湖南工业大学 包装与材料工程学院, 湖南 株洲 412007)

**摘要:** 采用石墨炉原子吸收法测定湘江水中的钡, 通过一系列的实验表明, 该方法检测湘江水中钡的检测线性范围为 0~40  $\mu\text{g/L}$ , 加标回收率为 94%~98%, 检测相对误差小于 5%, 检出限为 0.022  $\mu\text{g/L}$ , 远低于地表水国家标准下限 0.7  $\text{mg/L}$ , 结果表明该方法可用于湘江水中钡含量的测定。

**关键词:** 石墨炉原子吸收法; 湘江水; 钡

中图分类号: X522

文献标志码: A

文章编号: 1673-9833(2012)05-0106-03

## The Determination of Barium Ion in Xiangjiang River by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

Jiang Huiyun<sup>1</sup>, Guo Xia<sup>1</sup>, Tang Genping<sup>1</sup>, Hu Shunqin<sup>2</sup>

(1. Environmental Monitoring Station of Zhuzhou, Zhuzhou Hunan 412007, China;

2. School of Packaging & Material Engineering, Hunan University of Technology, Zhuzhou Hunan 412007, China)

**Abstract:** Applied graphite furnace atomic absorption spectrometry to determine barium ion of Xiangjiang River. The experimental results showed that the detection linear range is 0~40  $\mu\text{g/L}$  with adding standard recovery of 94%~98% and relative deviation less than 5%. The detection limit is 0.022  $\mu\text{g/L}$ , which is much lower than the national standard limit of 0.7  $\text{mg/L}$  for surface water. Proved that the method can be used to determine barium ion in Xiangjiang River.

**Keywords:** graphite furnace atomic absorption spectrometry; Xiangjiang River; barium

## 0 引言

湖南省株洲市清水塘工业区是国家“一五”和“二五”期间重点投资建设的老工业基地。多年来, 重金属严重污染了该区域的水、河床和土壤。水中钡离子含量是湘江水质检测的重要指标。

地表水中钡含量是衡量水质的重要指标, 地表水中钡含量不能超过 0.7  $\text{mg/L}$ <sup>[1-2]</sup>。目前国内测定地表水中钡含量的主要方法是石墨炉原子吸收法<sup>[3-4]</sup>。由于湘江水流域重金属污染严重, 湘江水水质情况复杂, 给钡的准确测定造成干扰。通过研究发现, 在

湘江水样品中加入适当的基体改进剂, 并优化检测条件, 可以快速、方便、准确地利用石墨炉原子吸收法测定湘江水中钡的含量。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器与试剂

Z-2000 原子吸收分光光度计, 日本日立公司生产; 钡空心阴极灯, 日本日立公司生产; 空气压缩机, 新日机电公司生产。

氩气(纯度大于 99.9%)、浓硝酸( $\rho(\text{HNO}_3)=1.42$

收稿日期: 2012-08-08

作者简介: 蒋辉云(1968-), 湖南益阳人, 株洲市环境监测站实验师, 主要研究方向为重金属污染监控及分析,

E-mail: shunkun67hu@yahoo.com.cn

g/mL, 优级纯)、钡标准溶液(国家标准溶液信息中心)。

## 1.2 实验步骤

### 1) 钡样品的采集与保存

样品采集于聚乙烯瓶中, 密闭冷藏。

样品采集后加入浓硝酸, 再按体积比 1:6 用蒸馏水稀释, 酸化至  $\text{pH} \leq 2$ , 于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  下冷藏保存, 14 d 内进行测定。

### 2) 钡试样的前处理

当试样中钾、钠和镁的质量浓度为  $500\text{ mg/L}$ 、铬为  $10\text{ mg/L}$ 、锰为  $25\text{ mg/L}$ 、铁和锌为  $25\text{ mg/L}$ 、铝为  $2\text{ mg/L}$  以及硝酸体积分数为 5% 以下时, 对钡的测定无影响。当这些物质的含量超过上述值时, 可采用标准加入法消除其干扰。

试样中钙的质量浓度大于  $5\text{ mg/L}$  时, 对钡的测定产生正干扰。当注入原子化器中钙的质量浓度在  $100\sim 300\text{ mg/L}$  时, 钙对钡的干扰不随钙浓度变化而变化, 根据钙的干扰特征, 加入基体改进剂硝酸钙溶液, 既可以消除记忆效应又能提高测定的灵敏度。若试样中钙的质量浓度超过  $300\text{ mg/L}$ , 应将试样适当稀释后再测定。

### 3) 标准曲线的测定

分别吸取钡标准溶液  $0\text{ mL}$ ,  $1\text{ mL}$ ,  $2\text{ mL}$ ,  $3\text{ mL}$ ,  $4\text{ mL}$ , 置于 5 个  $100\text{ mL}$  容量的瓶中, 用质量浓度为 1% 的硝酸溶液稀释至刻度(即  $100\text{ mL}$ ) 摇匀, 分别配成质量浓度为  $0\text{ }\mu\text{g/L}$ ,  $10\text{ }\mu\text{g/L}$ ,  $20\text{ }\mu\text{g/L}$ ,  $30\text{ }\mu\text{g/L}$ ,  $40\text{ }\mu\text{g/L}$  的钡标准试样, 编号分别为 1~5。

### 4) 钡试样的测定

检测仪器按表 1 所示设定好参数后, 采用自动进样模式进行钡的测定。

表 1 仪器参数

波长 / nm	干燥温度 / $^\circ\text{C}$	灯电流 / mA	灰化温度 / $^\circ\text{C}$	通带宽度 / nm	原子化温度 / $^\circ\text{C}$	原子化时间 / s
553.6	120	10	1 100	0.4	2 700	5

### 5) 标准曲线的绘制

使用不同的改性剂, 用微量自动进样, 测定钡的系列标准溶液, 实验结果见表 2。根据实验结果, 绘制标准曲线, 见图 1。

表 2 实验结果

试样编号	1	2	3	4	5
吸光度 / A	0.006 7	0.136 4	0.231 9	0.352 4	0.464 1

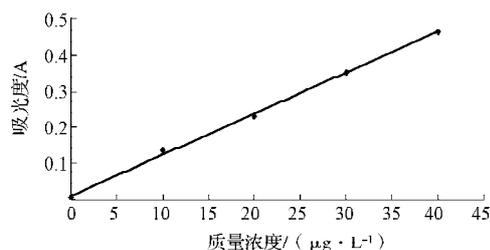


图 1 标准曲线

Fig. 1 Standard curve

## 2 结果与讨论

### 2.1 样品加标回收率的测定

取  $5\text{ }\mu\text{g/L}$ ,  $10\text{ }\mu\text{g/L}$ ,  $15\text{ }\mu\text{g/L}$  钡标液, 分别加入到钡含量为  $10.7\text{ }\mu\text{g}$  的水样中, 按照绘制标准曲线的检测条件进行 3 个混合样品钡含量的检测, 检测数据见表 3。实验结果表明, 检测回收率为  $94\%\sim 98\%$ , 很好地满足了《水和废水监测分析方法》<sup>[5]</sup> 中实验室质控指标体系的要求。

表 3 样品检测结果

Table 3 Sample testing results

测定值 / ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	标准加入 / ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	测定总量 / ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	加标回收率 / %
	5	15.4	94
10.7	10	20.4	97
	15	25.5	98

### 2.2 相对标准偏差的测定

对水样进行 6 次平行测定, 测定结果见表 4。测得水样的相对标准偏差小于 5%, 满足《水和废水监测分析方法》<sup>[5]</sup> 中实验室质控指标体系的要求。

表 4 相对标准偏差测定结果

Table 4 The determined results relative to standard deviations

水样编号	各次测定结果 / ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )						平均值 / ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	RSD / %
	1	2	3	4	5	6		
1	2.1	2.2	2.2	2.2	2.3	2.2	2.2	2.8
2	4.2	4.1	4.2	4.2	4.3	4.2	4.2	1.5

### 2.3 检出限的测定

对空白样品做 20 次测量, 测得吸光度分别为: 0.002 7, 0.002 9, 0.002 8, 0.003 0, 0.002 9, 0.002 7, 0.002 8, 0.002 9, 0.002 8, 0.002 9, 0.003 0, 0.002 9, 0.002 8, 0.002 9, 0.002 9, 0.002 8, 0.002 7, 0.002 7, 0.002 8, 0.002 9。

对数据处理后得空白样品测定的标准偏差

$$SD=0.000\ 253\ 97,$$

分析灵敏度

$$K=0.033\ 9。$$

按 $C_1 = \frac{3SD}{K}$ 算得检出限为 0.022  $\mu\text{g/L}$ 。

### 3 结语

以上各项数据表明,以硝酸钙为基体改性剂,采用石墨炉原子吸收法,测定湘江水样品中钡的各项检测指标都达到了检测的相关要求,能较好地满足湘江水中钡的测定。利用石墨炉原子吸收法可快捷、方便、准确地测定湘江水中钡的含量。

#### 参考文献:

[1] 中国疾病预防控制中心环境与健康相关产品安全所. GB 5749—2006 生活饮用水卫生标准[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006: 4.  
Institute for Environmental Health and Related Product Safety, China CDC. GB 5749—2006 Standards for Drinking Water Quality[S]. Beijing: Standards Press of China, 2006: 4.

[2] 魏复盛. 水和废水监测分析方法指南: 上册[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1990: 138.

Wei Fusheng. The Handbook of Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water: Volume the First [M]. Beijing: China Environmental Science Press, 1990: 138.

[3] 季海冰, 刘劲松, 庞晓露. 石墨管涂覆-塞曼效应石墨炉原子吸收法测定土壤和沉积物中钡[J]. 光谱学与光谱分析, 2007, 27(11): 2349-2352.  
Ji Haibing, Liu Jinsong, Pang Xiaolu. Determination of Trace Barium in Soil and Sediment by Zeeman Graphite AAS with Coated Graphite Tube[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2007, 27(11): 2349-2352.

[4] 梁延鹏, 刘辉利, 朱义年, 等. 石墨炉原子吸收光谱法测定水中微量钡[J]. 干旱环境监测, 2006, 20(2): 65-68.  
Liang Yanpeng, Liu Huili, Zhu Yinian, et al. Determination of Trace Barium in Water by GFAAS[J]. Arid Environmental Monitoring, 2006, 20(2): 65-68.

[5] 魏复盛. 水和废水监测分析方法[M]. 4版. 北京: 中国环境科学出版社, 2008: 72-73.  
Wei Fusheng. Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water[M]. 4th ed. Beijing: China Environmental Science Press, 2008: 72-73.

(责任编辑: 邓光辉)

(上接第 70 页)

[9] 黄晶, 吕新杰, 李锋, 等. 1 053 nm 掺 Yb<sup>3+</sup> 双包层光纤放大器脉冲放大特性研究[J]. 中国激光, 2005, 2(8): 1022-1026.  
Huang Jing, Lv Xinjie, Li Feng, et al. Simulation Characteristics of Yb<sup>3+</sup>-Doped Double-Clad Fiber Amplifier for 1 053 nm Pulse Amplification[J]. Chinese Journal of Lasers 2005, 2(8): 1022-1026.

[10] Yang Lihmei, Peng Wan, Vladimir Protopopov, et al. 2  $\mu\text{m}$  Femtosecond Fiber Laser at Low Repetition Rate and

High Pulse Energy[J]. Opt. Express, 2012, 27(5): 5683-5688.

[11] William Renard, Guillaume Canat, Pierre Bourdon. 26 nJ Picosecond Solitons from Thulium-Doped Single-Mode Master Oscillator Power Fiber Amplifier[J]. Opt. Lett., 2012, 34(6): 377-379.

[12] Chen Shengping. 100 Wall Fiber Picosecond MOPA Laser [J]. Opt. Express, 2009, 17(26): 24008.

(责任编辑: 申剑)