

科技简讯

超声波振荡测定大气飘尘中重金属

季延安 李志伟 支彦平

(北京市环境保护研究所)

本文在参考文献的基础上,对滤膜(超细玻璃纤维滤膜——上海红光造纸厂产)样品的处理进行了试验研究, Mn、Ni、Cr 的回收率在 95% 以上; Fe 的回收一般高于 100%, 这与滤膜的本底有关; Mn、Ni 的灵敏度为 0.05 微克/毫升, Cr 为 0.5 微克/毫升, Fe 为 0.1 微克/毫升。

一、仪器和试剂

1. 仪器 原子吸收分光光度计(WFy-2); 超声波发生器(CSF-1A 或 CSF-b)。

2. 试剂 除注明外, 全部采用分析纯, 用去离子水配制。

(1) 锰标准贮存液, 称取 3.1073 克硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)用水溶解, 配成含 Mn5 毫克/毫升。

(2) 镍标准贮存液, 称取 1.3590 克氧化镍(NiO), GR 溶于 5 毫升(1:1)硝酸中, 使含 Ni1 毫克/毫升。

(3) 铬标准贮存液, 称取 1.1314 克重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)GK, 用水溶解, 溶液含 Cr 2 毫克/毫升。

(4) 铁标准贮存液, 称取 8.7216 克硫酸铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 加入 50 毫升水使其全流, 配成含 Fe5 毫克/毫升。

二、试验条件的选择

振荡时间与振荡次数振荡时间为 30 分和 15 分; 浸取液用量为 40 毫升和 30 毫升, 酸度为 0.1 N(HNO_3), 结果见表 1。

三、操作步骤

1. 校准曲线的绘制 吸取 Mn、Ni、Fe、Cr 各贮存液 2.0, 10.0, 2.0, 5.0 毫升配成含量为 50 微克/毫升标准工作液。

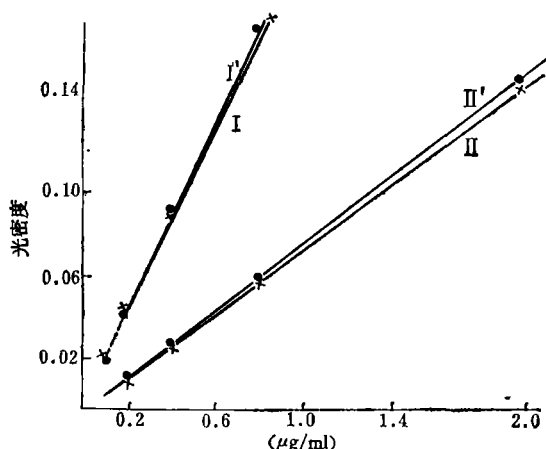


图 1 Mn、Ni 校准工作曲线

I——Mn (方法 1); I'——Mn (方法 2)
II——Ni (方法 1); II'——Ni (方法 2)

表 1 振 荡 时 间

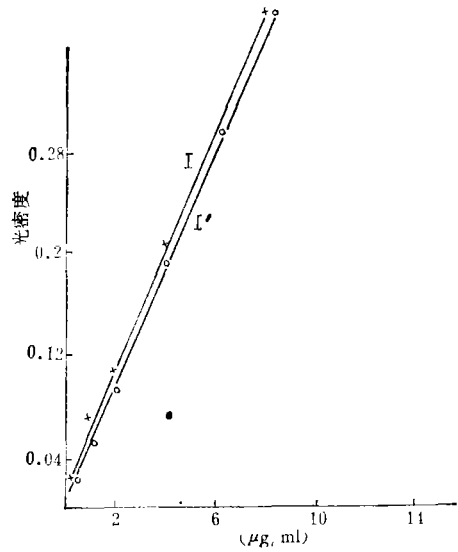


图 2 Cr 校准工作曲线
I—Cr (方法 1); I'—Cr (方法 2)

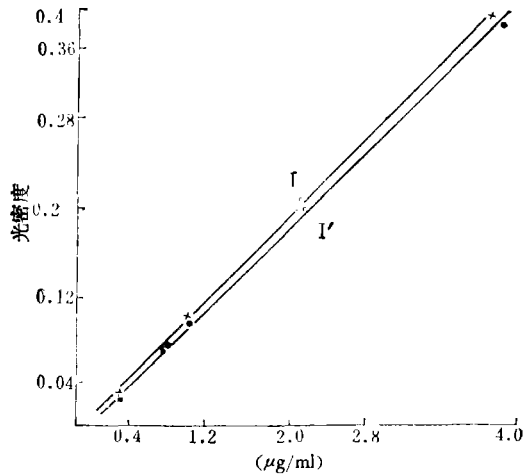


图 3 Fe 校准工作曲线
I—Fe (方法 1); I'—Fe (方法 2)

表 2 试验方法回收率

元素	序号	加入量 (μg)	相对误差 (%)	测出量 (μg)	回收率 (%)	元素	序号	加入量 (μg)	相对误差 (%)	测出量 (μg)	回收率 (%)
Mn	1	5	3.4	5.17	103.5	Ni	1	5	12.0	5.62	112.0
	2	10	8.7	10.87	108.0		2	10	2.6	10.26	102.6
	3	20	5.0	21.00	104.9		3	20	0.6	20.12	100.1
	4	40	6.2	42.50	106.3		4	40	2.0	40.78	101.9
	5	50	0.2	50.12	100.2		5	50	5.4	47.70	95.4
	6	100	2.0	98.00	98.0		6	100	3.0	97.00	97.0
平均					103.4						101.5
元素	序号	加入量 (μg)	相对误差 (%)	测出量 (μg)	回收率 (%)	元素	序号	加入量 (μg)	相对误差 (%)	测出量 (μg)	回收率 (%)
Cr	1	25	2.0	24.5	98.0	Fe	1	5	4.0	4.8	96
	2	50	4.0	48.0	96.0		2	10	6.0	10.6	106.0
	3	100	5.0	105.0	105.0		3	20	10.0	22.0	110.0
	4	200	0	200.0	100.0		4	40	12.0	45.0	113.0
	5	400	1.2	405.0	101.0		5	50	10.0	55.0	110.0
	6	500	4.0	480.0	96.0		6	100	15.0	85.0	85.0
平均					99.4						103.3

(1) 取 Mn、Ni 标准工作液 0.1、0.2、0.4、0.8、2.0 毫升，注入 50 毫升容量瓶中，其含量分别为 0.1、0.2、0.4、0.8、1.0、2.0 微克/毫升；取 Cr 标准工作液 0.5、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 毫升依次注入上述容量瓶中，其含量为 0.5、1.0、2.0、4.0、5.0、10.0 微克/毫升；再取 Fe 标准溶液 0.4、0.8、1.0、2.0、4.0、5.0 毫升，注入上面容量瓶中，Fe 含量为 0.4、0.8、1.0、2.0、4.0、5.0 微克/毫升，稀释至刻

度，用原子吸收法测定。

(2) 按上述同样含量取各标准液（含量大的需用贮存液）滴在滤膜上，待滤膜干后，放入烧杯内，按前述试验条件振荡二次，将清液合并并浓缩至 20—30 毫升，过滤于 50 毫升容量瓶中，按(1)测定，校准曲线见图 1—3。

2. 样品测定 根据试测样各元素含量水平，取半张或 1/4 张滤膜，放入烧杯中，加入 0.1N40 毫升

表 3 大气样品的实测结果

样品点	样号	日期	测得值*				样品点	样号	日期	测得值			
			Mn	Ni	Cr	Fe				Mn	Ni	Cr	Fe
北 兴 安		1980 年					古 城						
	1	6 月 7 日	35.9	—	—	342.5		1	6 月 16 -17 日	20.8	—	—	337.9
	2	6 月 8 日	52.2	—	—	634.4		2	6 月 18 日	30.5	—	—	407.1
	3	6 月 11 日	54.2	4	—	107.1		3	6 月 19 日	20.2	—	—	102.9
	4	6 月 13—14 日	44.0	3	—	100.2		4	6 月 20 日	31.9	—	—	571.4

* 含量为取样量 100m³ 内的微克数

硝酸液(以下同绘制校准曲线(2)),方法回收率及样品测定结果见表 2 和表 3。

四、结果与讨论

两种方法所绘制的校准曲线非常靠近,它们——Mn、Ni、Cr、Fe 的相关系数与回归系数分别

为 0.995、0.0032、0.995、0.0018、0.994、0.0132、0.994、0.043 在制作校准曲线时,将各元素配成混合液或将标准液滴在滤膜上均可。

承蒙段风瑞副研究员对本文提供了宝贵意见,特此致谢。

薄层扫描法测定大气飘尘中苯并[a]芘

赵炳成 张 玥

(中国医学科学院卫生研究所)

应用快速法提取样品和薄层扫描技术比洗脱斑点法测定苯并[a]芘(简称 BaP)简易、安全。此法 3 小时可分析 6 个提取样品,方法回收率 95% 以上,最低可检量为 1 毫微克 BaP。

实 验

1. 仪器和试剂

MPF-4 型荧光分光光度计(附有薄层扫描装置)或 CS-910 型双光束薄层扫描仪。其它仪器和试剂与斑点洗脱荧光法相同。

2. 操作步骤

(1) 真空升华法或粘附法提取样品 用直径 13 毫米的打孔器在飘尘样品上打孔取样,将样品放在粘有聚四氟乙烯片(与样品面积相同)的玻璃板上,再将醋酸纤维素薄层板(每块 20×20 厘米玻璃板用 4 克醋酸纤维素,12 毫升乙醇混匀涂制)放在样品上(薄层与样品接触)两边用夹子固定,放入有乙醚的层析缸内,展开剂上升 5 厘米,取出风干,如此进行 4 次,飘尘上的多环芳烃被乙醚洗提至薄层板上,呈一棕色条带。

(2) 薄层分离 用毛细管将升华提取的样品液全部或一部分在板上作点状点样,斑点小于 4 毫米,同时点 BaP 标准液作为对照。将板放入层析缸中进行展开(展开剂为甲醇:乙醚:水 4:4:1),展至 15 厘米处取出薄层板于紫外灯下,用针划出标准斑点和相对位置的样品斑点。

(3) 薄层扫描测定 将样品板放在有薄层扫描的附件中,选择激发波长 368nm,发射波长 400、405 和 410nm 进行扫描(或将板放在薄层扫描仪中,选择激发波长 368nm,发射波长 450nm)以荧光强度积分值进行计算 BaP 含量。

(4) 计算 按基线法列下式算出定量相对荧光强度和样品中的 BaP(微克)

相对荧光强度

$$F = F_{405} - \left(\frac{F_{400} + F_{410}}{2} \right) \quad (1)$$

BaP 含量(微克/100 米³)

$$= \frac{F_{\text{样品}} \cdot M \cdot R \cdot S \cdot 100}{F_{\text{标准}} \cdot V} \quad (2)$$

$F_{\text{样品}}$ 是样品斑点扫描积分值; $F_{\text{标准}}$ 是标准斑点