

便携式重金属测定仪应急监测地表水中的铅和镉 Emergency Monitoring of Pb and Cd in Surface Water by Portable Heavy Metal Detector

李进才

LI Jin-cai

(广西壮族自治区环境监测中心站,广西南宁 530022)

(Environmental Monitoring Center of Guangxi Zhuang Autonomous Region, Nanning, Guangxi, 530022, China)

摘要:PDV6000plus 便携式重金属测定仪测定地表水中的铅和镉,检出限 $5\mu\text{g/L}$,准备时间约 50min,1 个样品测定时间 3~5min,具有仪器体积小、灵敏度高、操作简单方便的特点,能快速地完成样品的测定,可以满足应急监测工作的需要,为环保部门第一时间内掌握污染情况和作出决策发挥重要作用。

关键词:重金属测定仪 地表水 铅 镉 应急监测

中图分类号:X853 **文献标识码:**A **文章编号:**1002-7378(2011)02-0088-02

Abstract: The detection limit of Pb and Cd in surface water by PDV6000plus portable heavy metal detector is $5\mu\text{g/L}$, which takes about 50min for preparation and 3min~5min for a sample determination. PDV6000plus portable heavy metal detector is small, highly sensitive and easy operation. It can quickly complete the determination, fulfil the need of emergency monitoring and play a important role for environmental protection administration to know the circumstances of pollution and make a decision as soon as possible.

Key words: heavy metal detector, surface water, Pb, Cd, emergency monitoring

地表水中的铅和镉污染事故时有发生,其常规分析方法为石墨炉原子吸收光度法。石墨炉原子吸收光度法有很好的精密度和准确度,但是由于仪器体积和质量都比较大,而且配套设备多,只能在实验室内分析时使用。在要求现场采样、现场分析、及时报送数据的环境污染事故应急监测中,便携式重金属测定仪可以有效地填补这方面的空白^[1]。

1 便携式重金属测定仪的工作原理、仪器和试剂

PDV6000plus 便携式重金属测定仪采用的是阳极溶出伏安法(ASV),其原理是将还原电势施加于工作电极,当电极电势超过某种金属离子的析出电势时,溶液中被分析的金属离子还原为金属电镀

于工作电极表面,电势施加时间越长,还原出来电镀于电极表面(被称为“沉积”或“积累”过程)的金属越多,当足够的金属镀于工作电极表面,向工作电极以恒定速度增加电势,金属将在电极上溶出(氧化)。这一过程中仪器根据溶出峰电位确定被测物质的成分,根据溶出时记录的氧化波高度确定被测物质的含量^[2]。

在应急监测中测定地表水中的铅和镉所需要的主要仪器为 PDV6000plus 便携式重金属测定仪和笔记本电脑各 1 台;主要试剂为铅、镉标准储备液(20mg/L)、电解液、汞电镀液、1M KCl 溶液。

2 便携式重金属测定仪测定地表水中的铅和镉

2.1 准备工作

首先是准备 3 种电极:对电极、玻碳电极和参比电极。对电极用纯水清洗干净。玻碳电极是在打磨片上滴两滴打磨液后按“8”字形进行打磨,打磨时间

收稿日期:2011-03-29

修回日期:2011-04-18

作者简介:李进才(1983-),男,助理工程师,主要从事环境监测工作。

至少为 1min,打磨完后用纯水清洗干净。参比电极是在参比电极管套中加入 1M KCl 溶液后装入参比电极,确保管套中充满 KCl 溶液且没有气泡后用纯水清洗管套。把对电极、玻碳电极、参比电极装入分析槽并与便携式重金属测定仪主机连接,分析槽中事先放入一个装好纯水的分析杯。

其次是在笔记本电脑上安装 PDV6000plus 软件和驱动,安装完毕后运行软件和打开便携式重金属测定仪主机开关,使电脑和测定仪主机连接。

最后镀膜。取一个新的分析杯,在杯中倒入约 20ml 的汞电镀液,对玻碳电极进行镀汞膜。镀完汞膜后把电极放入装好纯水的分析杯进行清洗,汞电镀液回收进行下次镀膜。

2.2 样品测定

2.2.1 空白样品的测定

取 1 个新的分析杯,分别加入 10 ml 纯水和 10 ml 电解液,按厂家推荐值设定好各项参数后进行空白测定。符合要求的空白样品是一条平滑的信号线而且没有峰出现,测定结果如图 1 所示。

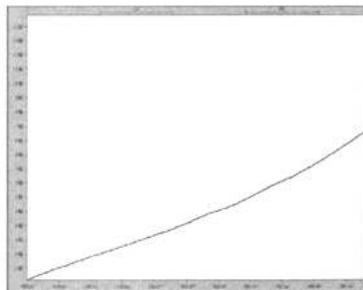


图 1 空白样品测定结果

2.2.2 标准样品的测定

取 1 个新的分析杯,加入 10 ml 电解液,然后根据实际需要加入若干体积的纯水和铅、镉标准储备液(20mg/L),使分析杯中的总体积为 20 ml,这一操作可以采用精度高的移液枪来完成。例如加入 10 ml 的纯水和 10 μ l 的标准储备液将配制成为 10 μ g/L 的标准使用液。配制完成后,按测定空白时的同样参数设置进行标准样品测定,测定结果如图 2 所示。测定完成后把电极放入装好纯水的分析杯进行清洗。

2.2.3 实际样品的测定

取 1 个新的分析杯,分别加入 10 ml 样品(如样品浓度太高可进行稀释)和 10 ml 电解液,按测定空

白时的同样参数设置进行样品测定,测定结果如图 3 所示。测定完成后把电极放入装好纯水的分析杯进行清洗。通过比对实际样品和标准样品的信号值,软件将计算出样品的实际浓度(图 4)。

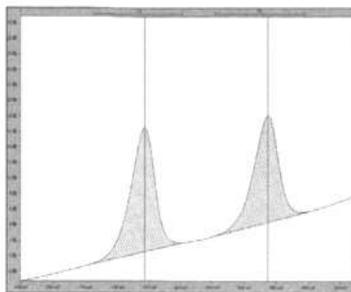


图 2 标准样品测定结果

如果样品的实际浓度比较低,可以复制上一个样品的空白样品和标准样品的信号值,直接进行下一个实际样品的测定。

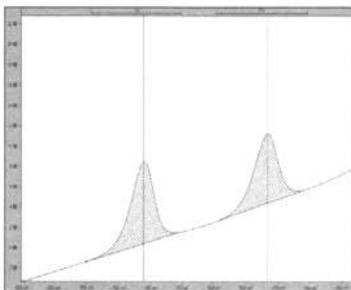


图 3 实际样品测定结果

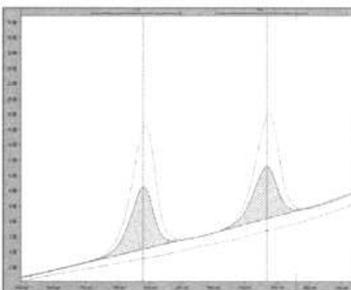


图 4 实际样品和标准样品的对比结果

3 精密度和回收率

取 10 ml 纯水,分别进行 20 μ g/L 和 40 μ g/L 的加标测定, RSD 为 0.5% ~ 1.0%,加标回收率为 96.8% ~ 107.0%,详见表 1。

(下转第 92 页)

表4 不同类型水样过滤前后比对实验结果

水样来源	未过滤			过滤后		
	A ₂₂₀	A ₂₇₅	总氮浓度 (mg/L)	A ₂₂₀	A ₂₇₅	总氮浓度 (mg/L)
湖水	0.191	0.026	1.18	0.180	0.007	1.45
	0.202	0.032	1.19	0.182	0.007	1.47
	0.218	0.034	1.29	0.190	0.008	1.53
江水	0.268	0.025	1.90	0.247	0.005	2.09
	0.256	0.023	1.83	0.245	0.006	2.05
	0.245	0.022	1.74	0.231	0.007	1.90
废水	0.583	0.072	20.2	0.514	0.013	22.6
	0.581	0.072	20.1	0.511	0.011	22.6
	0.514	0.050	19.0	0.475	0.007	21.3

3 结论

在过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮过程中,使用一次性 0.45 μm 过滤器对经碱性过硫酸钾消解后出现絮凝沉淀的水样进行过滤处理,总氮浓度明显增加,略高于“三氮”浓度之和,数据比较合理。对江水、湖水、废水等不同类型的水样经碱性过

硫酸钾消解后出现的絮凝沉淀,经一次性 0.45 μm 过滤器过滤后,275nm 波长处的吸光值明显降低,总氮结果有所提高,与“三氮”数据的比较分析更为合理。一次性 0.45 μm 过滤器能够快速有效地去除絮凝沉淀对总氮测定的影响,提高碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法测定总氮的准确度。该方法提高了总氮与“三氮”、有机氮之间数据的可比性,能够更好地帮助人们了解水体中含氮化合物的构成,掌握水体的污染与自净程度。

参考文献:

- [1] 国家环境保护局.水和废水监测分析方法[M].第4版.北京:中国环境科学出版社,2002.
- [2] 齐文启,孙宗光,石金宝,等.环境监测实用技术[M].北京:中国环境科学出版社,2006.
- [3] 中国环境监测总站.环境水质监测质量保证手册[M].第2版.北京:化学工业出版社,1994.

(责任编辑:邓大玉)

(上接第89页)

表1 精密度和回收率

项目	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	测定值($\mu\text{g/L}$)				RSD (%)	加标回收率 (%)
		1	2	3	平均值		
铅	20	21.6	21.3	21.5	21.4	0.7	107.0
	40	41.4	41.8	41.7	41.6	0.5	104.0
镉	20	19.4	19.6	19.8	19.6	1.0	98.0
	40	38.9	38.5	38.6	38.7	0.5	96.8

4 结束语

PDV6000plus 便携式重金属测定仪测定地表水中的铅和镉,检出限可以达到 5 $\mu\text{g/L}$,满足现行地表水评价标准中除 I 类地表水以外对检出限的要求,而且从准备工作开始到完成标准样品测定,所需时间约 50min,1 个样品测定时间约 3~5min,可以满足应急监测工作的需要。

PDV6000plus 便携式重金属测定仪的测定仪

主机、笔记本电脑、试剂和辅助用品箱均体积小、重量轻,一个人就能携带,而且只需 1 张足够大的桌子和电源就能进行操作,可以满足多种条件下的现场测定工作。

PDV6000plus 便携式重金属测定仪具有检出限基本满足要求、灵敏度高、分析时间短、携带方便、使用场所广泛等优点,可以在地表水铅和镉污染事故应急监测中推广使用。

参考文献:

- [1] 赵丽丽,武开业.便携式重金属测定仪在环境应急监测中的应用[J].科技信息,2010(31):772.
- [2] 水和废水监测分析方法编委会.水和废水监测分析方法[M].第4版.北京:中国环境科学出版社,2002.

(责任编辑:邓大玉)