

文章编号:1671-8879(2006)05-0112-03

城市路面径流雨水铅含量的测定

邱立萍, 赵剑强, 刘 珊, 单永体

(长安大学 环境科学与工程学院, 陕西 西安 710054)

摘 要:采用微波消解技术作为测定城市路面径流雨水中铅的预处理方法,研究了碘化钾-甲基异丁基甲酮(KI-MIBK)萃取火焰原子吸收分光光度法(AAS)测定城市路面径流雨水中的微量铅。这种消解方法只需 12 min 就可达到对含铅水样完全消解的目的,该方法无论从时间上还是从能耗上明显优于样品的传统电热板加热消解法。测定结果表明,这种方法的精密度和准确度均取得了满意的效果,变异系数为 1.93%~3.82%,加标回收率为 95%~105%。

关键词:环境工程;萃取;原子吸收;路面径流;微波消解;预处理

中图分类号:X832 **文献标识码:**A

Determination of lead contents in water of urban road surface runoff

QIU Li-ping, ZHAO Jian-qiang, LIU Shan, SHAN Yong-ti

(School of Environmental Science and Engineering, Chang'an University, Xi'an 710054, Shaanxi, China)

Abstract: Using the technology of microwave digestion as the pre-treatment method of water with lead, the extraction of lead from the water of urban road surface runoff was studied by the use of KI-MIBK flame atomic absorption spectrum (AAS). It takes only 12 minutes to attain the goal of complete digestion, and the method has priority over traditional digestion method in both time and consumption of energy. The results show that the method has yield satisfying effect in precision and accuracy, the variable coefficient is 1.93%~3.82%, and the recycling percentage of additional standard is 95%~105%. 3 tabs, 1 fig, 6 refs.

Key words: environmental engineering; extraction; atomic absorption; road surface runoff; microwave digestion; pre-treatment

0 引 言

人体和动物组织中积蓄的铅(Pb)是一种有毒金属。铅的主要毒效应是贫血症、精神机能失调和肾损伤。路面雨水中的铅,主要来自行驶中的汽车向空中排放的含铅废气,通过自然沉降和雨水的淋洗作用迁移于路面,随路面径流,逐渐造成地表水环境中铅的富集,从而引起重金属的污染。本文采用

微波消解法代替传统电热板加热消解法对路面雨水进行预处理,然后再用萃取火焰 AAS 法^[1]对其含量进行了快速测定,取得了满意的效果。

1 试验分析

1.1 主要仪器和试剂

日立 Z-5000 型原子吸收光谱仪,上海 KY 型铅空心阴极灯。

收稿日期:2005-09-10

基金项目:陕西省自然科学基金项目(2001C06)

作者简介:邱立萍(1963-),女,湖南常德人,高级工程师,博士研究生。

加拿大 QV2000 微波消解仪,输出功率 1 000 W,聚四氟乙烯消解罐,100 mL。

浓硝酸(GR):取 10 mL 浓硝酸,用去离子水稀释至 1 000 mL。

1 mol/L 碘化钾(KI)溶液:将 166.7 g 碘化钾溶于 1 L 水中。

10%(M/V)抗坏血酸溶液。

水饱和的甲基异丁基甲酮(MIBK):在分液漏斗中放入甲基异丁基甲酮和等体积水,摇匀 30 s,分层后弃去水相,有机相备用。

1.00 mg/mL 铅标准贮备液:准确称取 0.500 0 g 高纯铅粉于 50 mL 烧杯中,加适量 1+1 硝酸溶解完全,用去离子水稀释定容于 500 mL 容量瓶中而成。

10.00 mg/L 铅标准使用液:准确移取 1.00 mL 铅贮备液于 100 mL 容量瓶中,用 1%硝酸稀释至刻度而成。

1.2 仪器工作参数

Z-5000 型原子吸收光谱仪测铅工作参数:灯电流 9 mA;波长 283.3 nm;狭缝 1.3 nm;燃烧头为标准型;燃烧头高度 7.5 mm;火焰类型,空气-乙炔气;助燃气压力 160 kPa;燃烧流速 2.2 L/min。

1.3 试验(测定)方法

1.3.1 样品制备

在降雨强度^[2]平均为 22.1×10⁻³ mm/min,同步统计雨天交通量为 372 veh/h(单向,其中大型车 108 veh,占 29.0%,中型车 48 veh,占 12.9%,小型车 216 veh,占 58.1%)^[3],在西安市南二环中段 1 km 路段上,分别在不同的路面排水点以聚乙烯塑料容器采集路面雨水于高型烧杯中,去除砂粒等机械杂质及漂浮物后,放于密闭容器内待测定用。

1.3.2 样品处理

城市路面径流雨水中的化学组分一般较复杂,易发生物理变化(如挥发、吸收空气中氮氧化物、二氧化碳和一氧化碳等)、化学变化和生物变化^[4],故在分析测定前必须进行相应地预处理。

传统的消解方法是:取 100 mL 水样放入 200 mL 烧杯中,加入硝酸 5 mL,在电热板上加热消解(不要沸腾)。蒸至 10 mL 左右,加入 5 mL 硝酸和 2 mL 高氯酸,继续消解,直至 1 mL 左右。如果消解不完全,再加入硝酸 5 mL 和高氯酸 2 mL,再次蒸至 1 mL 左右。然后冷却,加水溶解残渣,通过预先用酸洗过的中速滤纸滤入 100 mL 容量瓶中,用水定容至 100 mL。取 0.2%硝酸 100 mL,按上述相同的程序操作,以此为空白样^[1,5]。

此方法费时、费力,检测成本较高。
本文采用微波消解技术进行样品预处理。
准确吸取 20 mL 水样于聚四氟乙烯密封消解罐中,加入 5 mL 浓硝酸(GR),旋紧消解罐密封盖,放置微波消解炉内(最多可放 12 个消解罐)定时加热消解 12 min(经过多次试验后确定,此时样品可消解完全)后,取出消解罐,将其消解产物冷却,以备测定用。

微波消解样品的同时,作 2 个空白试验。

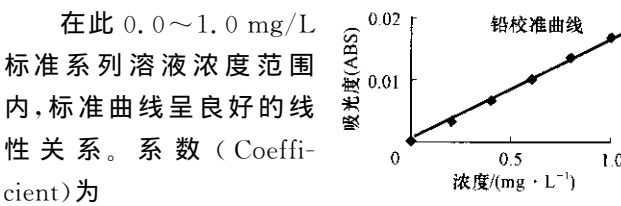
1.3.3 标准曲线的绘制

分别取 10.00 mg/L 铅标准溶液 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 于 6 支 50 mL 具塞比色管中,用 1%硝酸稀释至 25 mL,则此时铅标准系列溶液浓度为 0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mg/L,分别加入 1 mol/L 碘化钾溶液 5.0 mL、10%抗坏血酸 2.0 mL,摇匀,再准确加入甲基异丁基甲酮 5.0 mL,萃取 2 min 静置分层,待测。

开启仪器:调节好工作参数,以甲基异丁基甲酮溶液作参比,测定校准系列溶液吸光度,其结果见表 1,绘制标准工作曲线,如图 1 所示。

表 1 铅标准溶液与其吸光度的关系

积分法		
标准号	浓度/(mg·L ⁻¹)	吸光度(ABS)
S1	0.00	0.000 0
S2	0.20	0.003 3
S3	0.40	0.006 7
S4	0.60	0.010 1
S5	0.80	0.013 5
S6	1.00	0.016 9



$$K_0=-1.000\,002\times10^{-4}$$
$$K_1=1.702\,851\times10^{-2}$$

相关系数(Corr coef)为 0.999 9。

1.3.4 空白及样品溶液测定

准确移取微波消解后的样品溶液及空白溶液各 20 mL 于 50 mL 具塞比色管中,与测定标准溶液同步骤进行测定。

1.3.5 计算铅的体积质量

铅的体积质量 = $\frac{CV'}{V}$ (mg/L)

式中: C 为仪器直接读出消解好样品中的铅浓度(mg/L); V' 为消解好样品的总体积(mL ,即 20 mL 水样 + 5 mL 浓硝酸); V 为微波消解所取用的原水样体积(mL)。

水样经微波消解前后,体积基本不变(即 20 mL 水样 + 5 mL 浓硝酸进行消解之后,样品体积仍为 25 mL)。

2 结果与讨论

2.1 精密度试验结果

为了解本方法的精密度,从该批雨水样中抽取 3 个样品连续做了 10 次,其测定结果如表 2 所示。

表 2 精密度试验结果($n=10$)

样品编号	1	2	3
测得值/ ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	0.050($\times 2$)	0.090($\times 2$)	0.100
	0.047	0.087	0.096
	0.048($\times 2$)	0.091($\times 2$)	0.098($\times 2$)
	0.051($\times 2$)	0.092	0.099($\times 2$)
	0.052	0.088	0.097
	0.053	0.093	0.102
	0.049	0.089($\times 2$)	0.101($\times 2$)
平均值/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	0.050	0.090	0.099
变异系数/%	3.82	2.03	1.93

2.2 准确度试验结果

为检验本方法的准确度,进行了加标回收试验。在城市路面径流雨水样品中,加入一定量的标准物,测得的回收率见表 3。

由表 2、表 3 可以看出,变异系数和加标回收率均满足监测方法规定,由此可见,本研究方法测定结果有较好的精密度和准确度^[4-6]。

表 3 加标回收率试验结果 ($\mu\text{g/L}$)

样品编号	试样测定值/ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	铅加入量/ ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	加标试样 测定值	加标 回收率/%
1	50	50	101	102
2	90	90	179	99
3	100	100	198	98
4	30	30	61	103
5	20	20	39	95
6	40	40	82	105

3 结 语

(1) 利用萃取火焰原子吸收法测定路面径流雨水中的铅含量,其精密度和准确度均可达到较高水平。

(2) 样品前处理采用微波消解技术代替传统电加热板加热消解技术,结果表明:试样用量和试剂用量均较小,而且用微波直接消解样品,能迅速分解试样,且操作简便、经济、快速,并能有效降低样品在整个消解中的损失和玷污,提高分析准确度和测定效率。

(3) 两种消解法都会产生有害的二氧化碳气体排入空气中,但是很显然,微波消解法比传统电加热板加热消解法所产生的二次污染小得多,尤其是降低了检测成本并减少了检测人员的工作量。所以,该法在实际工作中可靠易行,值得推广。

参考文献:

References:

[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.
State Environmental Protection Administration of China. The method of monitor and analyses on water and wastewater[M]. 4 th ed. Beijing: China Environment Science Press, 2002.

[2] 王瑞钢,闫澍旺,邓卫东. 降雨作用下高填土质路堤边坡的渗流稳定分析[J]. 长安大学学报:自然科学版, 2005,25(6):29-33.
WANG Rui-gang, YAN Shu-wang, DENG Wei-dong. Analysis of seepage stability of high-filled embankment slope due to rainfall infiltration[J]. Journal of Chang'an University: Natural Science Edition, 2005, 25(6): 29-33.

[3] 赵剑强,刘 珊,邱立萍,等. 高速公路路面径流水质特性及排污规律[J]. 中国环境科学,2001,21(5):374-374.
ZHAO Jian-qiang, LIU Shan, QIU Li-ping, et al. The characteristics of expressway runoff quality and pollutants discharge rule[J]. Journal of China Environment Science, 2001, 21(5): 445-448.

[4] 沈 波,田伟平,郭 平,等. 多雨土石山区高速公路排水系统水毁及防治[J]. 中国公路学报,2004,17(4):25-30.
SHEN Bo, TIAN Wei-ping, GUO Ping, et al. Prevention of highway drainage system destruction in pluvial mountain area[J]. China Journal of Highway and Transport, 2004, 17(4): 25-30.

[5] 李 梅. 塞曼火焰原子吸收光谱应用手册[M]. 北京:地质出版社,1996.
LI Mei. The user manual on zeeman flame atomic absorption spectrometry[M]. Beijing: Geology Press, 1996.

[6] Millar R G. Analytical determination of pollutant wash-off parameters[J]. Journal of Environment Engineering, 1999,125(10):989-992.