

【论著】

原子吸收一灯多用技术在环境样品分析中的应用

陈江, 刘慧, 凌立峰

(浙江省湖州市环境监测中心站, 浙江湖州 313000)

[摘要] 目的: 论证原子吸收单元素空心阴极灯一灯多用技术应用于环境样品分析的可行性。方法: 根据谱线重叠现象, 利用原子吸收法分别用锌空心阴极灯作光源测定铜; 铁空心阴极灯作光源测定锰; 钙空心阴极灯作光源测定镁。结果: 标准曲线线性良好, 相关系数均在 0.999 以上。检出限与单元素测定时不相上下。重复性好, RSD 在 0.94% ~ 1.57% 之间。回收率在 96.0% ~ 103% 之间, 结果令人满意。结论: 该技术应用于环境样品分析是可行的。

[关键词] 空心阴极灯; 多元素测定; 一灯多用技术

[中图分类号] O657.3

[文献标识码] A

[文章编号] 1004-8685(2008)01-0024-02

Technique of multi-element determination by atomic absorption using single element hollow cathode lamp as light resource in application to analyse environmental samples

Chen Jiang, Liu Hui, Ling Lirfeng

(Huzhou Environmental Monitoring Centre, Huzhou 313000, China)

[Abstract] **Objective:** To explore and prove the technique of multi-element determination by atomic absorption using single element hollow cathode lamp as light resource in application to analyse environmental samples. **Methods:** On the basis of spectral overlap phenomenon, experiment with multi-element determination was performed by atomic absorption to determine copper using zinc lamp as light resource to determine manganese using iron lamp as light resource and determine magnesium using calcium lamp as light resource. **Results:** The standard curve linearity was good. Correlation coefficient was above 0.999. The duplication was good, RSD between 0.94% ~ 1.57%. Recovery was between 96.0% ~ 103%. The experimental result was satisfactory. **Conclusion:** This technique is feasible to analyse environmental samples.

[Key words] Hollow cathode lamp; Multi-element determination; Technique of multi-element determination by atomic absorption using single element hollow cathode lamp as light resource

一般原子吸收仪器所用的光源多为单元素空心阴极灯, 即测定某种元素就用该元素的空心阴极灯。一旦需要测定样品中多种元素, 则需要更换不同的空心阴极灯, 例如铜、锰、镁的测定通常是利用原子吸收法进行单元素分步测定^[1]。这就使得整个分析过程不连贯, 且相对繁琐, 给操作人员带来不必要的麻烦。这是目前原子吸收仪器普遍存在的缺陷。部分单元素灯的吸收线与其它元素的共振线或非共振线存在谱线重叠现象。因此, 在理论上, 部分单元素空心阴极灯不仅可以测定本元素, 还可兼测其它元素^[2]。倘若如此, 这将为工作带来方便, 减少换灯次数的同时也减少了灯的预热时间。此外, 还可节约成本, 并解决有可能的光源短缺问题。为此, 针对环境监测领域涉及到的样品 (包括污染源废水, 地表水及大气降水) 中部分金属元素的测定进行了一灯多用试验。结果令人满意, 实现了用锌灯测铜, 铁灯测锰, 钙灯测镁。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

耶拿 ZEEni700型原子吸收分光光度计; 铜、锌、铁、锰、镁空心阴极灯 (德国耶拿公司), 钙空心阴极灯 (日本岛津公司);

铜、锰、镁标准储备液, 优级纯硝酸, 分析纯硝酸镧, 电阻率 18.2 M 的去离子水。

1.2 仪器工作参数

见表 1。

表 1 仪器工作参数

元素灯	测定元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	空气流量 (L/h)	乙炔流量 (L/h)	夹缝 (mm)	燃烧器高度 (mm)	扣背景
Zn	Cu	324.8	3.0	436	50	1.2	6	氘灯
Cu	Cu	324.8	3.0	436	50	1.2	6	氘灯
Fe	Mn	279.5	7.0	428	60	0.2	6	氘灯
Mn	Mn	279.5	7.0	428	60	0.2	6	氘灯
Ca	Mg	285.2	2.0	426	70	1.2	6	氘灯
Mg	Mg	285.2	2.0	426	70	1.2	6	氘灯

1.3 标准曲线绘制与检出限

分别用锌、铜空心阴极灯测定同一条铜标准系列; 用铁、锰空心阴极灯测定同一条锰标准系列; 用钙、镁空心阴极灯测定同一条镁标准系列。同时, 各次测定均测 20 次空白的吸光度值, 求得各检出限。

[作者简介] 陈江 (1980 -), 男, 本科, 工程师, 主要从事环境监测工作。

铜标准系列: 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mg/L; 锰标准系列: 0.00、0.10、0.20、0.50、0.80、1.00 mg/L; 镁标准系列: 0.00、0.01、0.02、0.05、0.10、0.15 mg/L。

1.4 质控样对比实验

分别用锌、铜空心阴极灯测定同一个铜质控样 A;用铁、锰空心阴极灯测定同一个锰质控样 B;用钙、镁空心阴极灯测定同一个镁质控样 C。将各质控样分别用不同空心阴极灯测定的结果与各质控样的保证值进行对比。

1.5 精密度实验

分别用锌空心阴极灯测定含铜电镀废水样品 D 10次;用铁空心阴极灯测定含锰地表水样品 E 10次;用钙空心阴极灯测定含镁大气降水样品 F 10次。计算各样品的相对标准偏差 RSD。

1.6 样品加标回收实验

于样品 D、E、F中分别加入一定量的铜、锰、镁标准物质, 计算样品加标回收率。

2 实验结果

2.1 标准曲线与检出限结果

见表 2。

表 2 标准曲线及检出限

元素灯	测定元素	标准曲线	相关系数	检出限 (mg/L)
Zn	Cu	$Y=0.136X+0.004$	0.9996	0.02
Cu	Cu	$Y=0.139X+0.002$	0.9996	0.02
Fe	Mn	$Y=0.194X+0.002$	0.9997	0.01
Mn	Mn	$Y=0.170X+0.001$	0.9998	0.01
Ca	Mg	$Y=1.99X+0.001$	0.9999	0.001
Mg	Mg	$Y=1.35X$	0.9996	0.002

2.2 质控样对比实验结果

见表 3。

表 3 质控样对比

元素灯	测定元素	质控样编号	质控样保证值 (mg/L)	实验结果 (mg/L)	偏差 (%)
Zn	Cu	A	1.18	1.12	5.1
Cu	Cu	A	1.18	1.14	3.4
Fe	Mn	B	0.797	0.778	2.4
Mn	Mn	B	0.797	0.784	1.6
Ca	Mg	C	0.184	0.175	4.9
Mg	Mg	C	0.184	0.177	3.8

2.3 精密度实验结果

见表 4。

表 4 精密度结果

元素灯	测定元素	样品编号	平均值 (mg/L)	实验结果范围 (mg/L)	RSD (%)
Zn	Cu	D	5.52	5.47~5.55	1.24
Fe	Mn	E	0.128	0.123~0.132	0.94
Ca	Mg	F	0.276	0.270~0.285	1.57

2.4 加标回收实验结果

见表 5。

表 5 加标回收率计算

元素灯	测定元素	样品编号	本底均值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定均值 (mg/L)	回收率 (%)
Zn	Cu	D	5.52	1.00	6.48	96.0
Fe	Mn	E	0.128	0.040	0.167	97.5
Ca	Mg	F	0.276	0.100	0.379	103

3 讨论

部分元素灯的吸收线与其它元素的共振线或非共振线存在谱线重叠现象,这一理论是一灯多用得以实现的前提和基础。锌元素灯产生的铜元素的共振线 324.8 nm 被铜元素的标准溶液吸收,且在 324.8 nm 处测定铜时,锌元素灯的吸收强度与铜元素灯几乎相同。用锌灯测定铜的灵敏度不亚于用铜灯测定铜。铁灯测定锰的情况也类似,在 279.5 nm 处铁元素灯产生的锰元素的共振线被锰元素的标准溶液吸收,而且从实验结果看,用铁灯测定锰的灵敏度甚至还略优于用锰灯测定锰。在用钙灯测定镁的实验过程中,由于仪器测定条件初始化因素的限制,耶拿公司的钙灯无法测定镁,因而改用岛津公司的钙灯(岛津公司的钙灯可直接用于耶拿 ZEE700型原子吸收仪)。实验结果表明,用岛津公司的钙灯测定镁元素的灵敏度优于镁灯测定镁。这很可能是由于不同厂家生产的空心阴极灯出厂设置的灯电流等条件的差异导致的结果。

试验过程中曾试图用铜灯在 213.8 nm 测定锌,锰灯在 248.3 nm 测定铁,镁灯在 422.7 nm 测定钙。由于这些吸收线均没有谱线重叠现象,实验结果均失败。由此可见,并不是所有的单元素空心阴极灯都能进行多元素测定,只有存在谱线重叠的元素之间一灯多用才能实现。

4 结论

用铜、锌空心阴极灯测定铜;用铁、锰空心阴极灯测定锰;用钙、镁空心阴极灯测定镁,结果准确,线性、精密度和加标回收情况均较好。部分单元素灯的吸收线与其他元素的共振线或非共振线存在谱线重叠现象。正是利用这一现象,借助化学计量的方法使得一灯多用能够实现。一灯多用的实现,减少了换灯次数,同时也减少了空心阴极灯的预热时间,延长灯的寿命,为操作人员带来方便,工作效率得以提高。此外,还可节约成本,并解决有可能的光源短缺问题。一灯多用技术运用于环境样品的分析是切实可行的。

[参考文献]

[1] 国家环境保护总局. 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. 353, 371, 413 - 414.
[2] 赵云斌, 刘敏, 刘嵩. 部分单元素空心阴极灯的发射光谱研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2005, 25 (7): 1128 - 1130.

(收稿日期: 2007 - 08 - 06)