

原子吸收分光光度计新应用的探讨

赵珍义 陈 华

辽宁大学化学系分析教研室, 110036 沈阳

摘 要 本文采用原子吸收分光光度计兼作紫外可见分光光度计使用, 开展了应用研究。对其实验技术和分析性能进行了详细的探讨, 并用于天然水中微量铁及食用色素的含量测定, 结果令人满意。扩大了仪器的分析功能和应用范围。

主题词 原子吸收分光光度计, 微量铁和色素

前言

原子吸收分光光度计分析功能的开发和新应用研究的工作很少^[1~2]。原子光谱的发射能够兼作紫外可见分光光度计的光源使用, 却一直没有得到重视和应用。本文从实际应用出发, 采用原子吸收分光光度计兼作分子吸收光谱的检测器, 代替紫外可见分光光度计使用。

实验部分

一、仪器

WYX-402 型原子吸收分光光度计; 722 型光栅分光光度计; 比色皿架 (自制); 10mm 比色皿。

二、主要试剂

邻二氮菲溶液 (1.2%): 称取 1.2g 邻二氮菲 (AR) 于小烧杯中, 加水少许溶解后转移到 100mL 容量瓶中, 稀至刻度。盐酸羟胺溶液 (2%): 称取 2g 盐酸羟胺 (AR), 用二次蒸馏水全溶解后, 稀释到 100mL 容量瓶中。铁的标准贮备液 (1000 μ g/mL): 称取 8.635g $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, 加 50mL HNO_3 (1mol/L) 待全部溶解后转入 1L 容量瓶中, 稀至刻度。胭脂红、苋菜红和亮蓝三种色素的贮备液浓度均为 1000 μ g/mL。实验所用的酸为 GR 级。

三、测定方法

点燃空心阴极灯, 将比色架固定在燃烧器缝的中间位置上, 调节其高度使光源的入射光束从比色皿中部通过。用空白溶液调吸光度为零, 然后依次进行标准系列和样品的测定。再将同一样品于同一比色皿采用 722 型分光光度计测其吸光度。

结果与讨论

一、空心阴极灯的选择

空心阴极灯作为光源, 选用某种元素共振波长与溶液分子吸收最大波长相等或相近为最佳, 但实际情况很难做到这点。本实验考虑到铁灯的原子光谱结构复杂, 发射谱线很多, 在被测溶液最大吸收波长处均能找到合适的原子光谱, 如测定铁时, 在最大吸收波长 $\lambda_{\text{max}} = 510\text{nm}$ 附近可以找到 516、512、511 及 502nm, 见

图 1。

二、工作波长的选择

对溶液分子吸收光度法测定来说,工作波长变动 $\pm 1\text{nm}$ 对吸光度并没有什么影响。但对线状光谱的空心阴极灯作为光源,波长选在最大发射波峰和波谷所测得的结果是不一样的。对铁测定影响,实验选用了 512nm 。

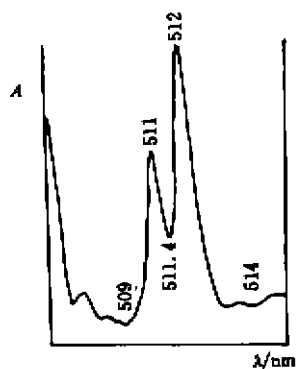


图 1 铁灯发射谱图

Fig. 1 Spectrum of light source (Fe)

三、灯电流和狭缝的影响

实验表明,电流和狭缝的变化直接关系到入射光的强弱和纯度。由图 2 看出,灯电流一般选在正常使用的 $i = 3 \sim 5\text{mA}$ 为宜。当灯电流增加到 12mA 时,吸光度值 (AAS- A) 就消失了。其他条件不变只改变狭缝通带宽度,本实验选择了通带宽度为 0.21nm 。

四、比色皿倾斜度对吸光度的影响

比色架安放位置必须保证比色皿的入射表面垂直于入射光束,否则会影响分析结果,见表 1,可看出其影响程度远远大于普通光度法。以上是比色皿与垂直方向倾斜的情况,而对比色皿水平方向即操作者面向仪器的前后,倾斜 $5 \sim 30^\circ$ 时吸光度均无影响。

表 1 比色皿倾斜度的影响

Tab. 1 Effect of absorption cell inclination

色素浓度 $\mu\text{g/mL}$	食品方法	光源波长/ nm	倾斜角度及吸光度值				
			0°	5°	10°	20°	30°
亮蓝 0.2	原子吸收光度法	Fe 灯 630.5	0.013	0.032	0.103	0.452	1.016
	普通光度法	627	0.016	0.020	0.030	0.045	0.060
胭脂红 0.3	原子吸收光度法	Fe 灯 516.7	0.012	0.020	0.074	0.213	0.953
	普通光度法	510	0.010	0.011	0.014	0.023	0.035
苋菜红 0.2	原子吸收光度法	Fe 灯 516.7	0.018	0.030	0.097	0.405	0.843
	普通光度法	520	0.015	0.016	0.040	0.052	0.071

五、线性关系的考查

准确取铁的标准溶液 5, 10, 15, 20, 25 和 $30\mu\text{g}$ 于 50mL 容量瓶中,加 1.0mL 盐酸羟胺, 1.5mL 邻二氮菲及 5mL 醋酸钠,用二次蒸馏水稀至刻度,摇匀,此时 $\text{pH}=5$,分别于同一比色皿测定其 AAS- A 和 UV- A 。对色素分别配成 5, 10, 20, 30 和 $40\mu\text{g/mL}$ 标准系列,获得实验结果分别绘制工作曲线并经线性回归处理求各相关系数,以作比较,铁的工作曲线见图 2,原子吸收分光光度计测定结果的相关系数 r 为 0.99973,而 722 型分光光度计为 0.99812,可见线性关系均好。平均吸收系数前者为 1.67×10^4 ,后者为 1.52×10^4 。线性范围两种方法基本相当,在高浓度区都有偏离比尔定律现象。

六、回收率实验对照

取三种色素适量分别加入汽水饮料中,经提取^[2]。对铁配制成 $10 \sim 25\mu\text{g}/50\text{mL}$,依工作曲线方法进行测定,两种方法回收率见表 2。

表 2 回收试验比较

Tab. 2 Comparison of recovery test by different methods

元素	加入量 μg	测得量/ μg		回收率(%)	
		AAS- A	UV- A	AAS- A	UV- A
胭脂红	50	49.2	49.7	98.4	99.4
亮蓝	20	21.01	20.94	105.0	104.7
苋菜红	50	49.05	49.6	98.1	99.2
	10	10.25	10.16	102.5	101.6
Fe	20	19.92	19.95	99.6	99.8
	25	24.91	25.15	99.6	100.5

七、样品分析

分别采集新建大楼自来水 (1[#]), 工业用水 (2[#]), 彰武县井水 (3[#]) 和浑河水 (4[#]) 进行分析。并对照其结果 (见表 3), 吻合良好。

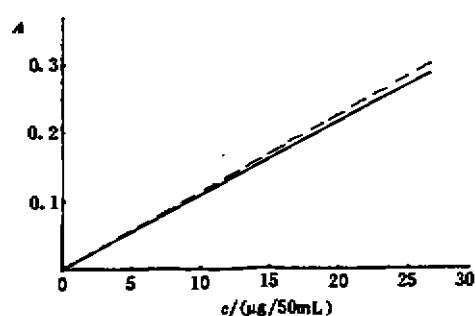


图 2 铁的工作曲线

Fig. 2 Calibration curve for iron

—原子吸收分光光度计; - -紫外可见分光光度计

表 3 水样分析结果 ($n = 6$)Tab. 3 Results of sample determination ($n = 6$)

样品编号	Fe/ $\mu\text{g/mL}$	
	AAS- A 法	UV- A 法
1 [#]	0.11	0.12
2 [#]	0.38	0.40
3 [#]	0.31	0.29
4 [#]	0.09	0.09

总之, 采用原子吸收分光光度计兼作分子光谱分析简便

易行。只要选择元素空心阴极灯的波长处于被测溶液最大吸收峰的附近即可进行。

溶液分子吸收是带状光谱, 而原子吸收提供的是线状光谱。只要吸收波长相近, 分析的灵敏度亦会相近。吸光度值与被分析物浓度之间呈良好的线性关系, 相关系数均大于 0.998 以上, 完全符合郎伯-比耳定律, 回收率都能满足分析要求。特别对低浓度和高浓度含量分析时, 克服了没有数字显示功能的可见分光光度计在读数刻度尺各段读数的误差。

参 考 文 献

- 1 Timperle Michael H et al. *Analyst*, 1986; 11(1), 23
- 2 Jabes A B, Andrew W B. *Anal. Chem.*, 1980; 52(7), 1054

NEW APPLICATION OF ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER IN TESTING TECHNOLOGY

ZHAO Zhenyi and CHEN Hua

Department of Chemistry, Liaoning University, 110036 Shenyang

Abstract A simple and satisfactory method is developed for the new application of AAS. We can just rely on atomic absorption spectrophotometer without flame on place of UV-Visible spectrophotometer. The operation is very simple, and it can raise the efficiency of AAS. This experiment offers a possibility to find new applications of atomic absorption spectrophotometer.

Keywords AAS, Trace metal iron in water and colourant

(Received July 3, 1995)