

共存碱金属离子在火焰发射分析中的干扰及消除

周世兴¹, 林柱友²

(1. 余杭市环境监测站, 浙江 余杭 311100; 2. 桐庐县环境保护局, 浙江 桐庐 311560)

摘要: 研究了采用火焰发射法测定 K、Na、Ca、Mg, 通过调节火焰状态和适量加入某些盐类来消除碱金属离子存在的干扰, 使实测样品获得满意的结果。K、Na、Ca、Mg 的方法检出限分别为 0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.10 mg/L、0.01 mg/L; 样品回收率分别为 93%、106%、84%、112%。

关键词: 火焰发射; 干扰; 消除; 碱金属离子

中图分类号: X 830.2

文献标识码: A

文章编号: 1006-2009(2000)05-0022-02

The Disturbance and Elimination of Coexisting Alkali Metal Ions in Flame Spraying Analysis

ZHOU Shi-xing¹, LIN Zhu-you²

(1. Yuhang Municipal Environmental Monitoring Station, Yuhang, Zhejiang 311100, China;

2. Tonglu County Environmental Protection Bureau, Tonglu, Zhejiang 311560, China)

Abstract: How to detect K, Na, Ca, Mg with flame spraying was researched. To adjust flame and to add certain salts to eliminate the disturbance of alkali metal ions can reach a satisfied analysis result. The detection limit of K, Na, Ca, Mg were 0.005 mg/L, 0.01 mg/L, 0.10 mg/L and 0.01 mg/L. Sample recovery were 93%, 106%, 84% and 112%.

Key words: Flame spraying; Disturbance; Decontamination; Alkali metal ions

对 K、Na、Ca、Mg 的测定, 通常采用原子吸收光谱法, 而作为配套的原子发射光谱功能, 一般很少使用。为充分利用现有设备, 采用 BFS-2100 型双光束原子吸收光谱仪提供的火焰发射测定程序, 探索火焰的最佳发射区域及适量加入某些盐类来消除共存碱金属离子的干扰, 同样可以满意地获得 K、Na、Ca、Mg 的测定结果。

1 试验

1.1 仪器

BFS-2100 型双光束原子吸收光谱仪(北京分析仪器厂), 缝长 100 mm 空气-乙炔燃烧器。

1.2 试剂

氯化锶溶液: 称取优级纯 ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 168.18 g 溶于水中, 用水稀释至 1 000 mL, 摇匀, 贮于聚乙烯瓶中。

硝酸铯溶液: 称取分析纯 (CsNO_3) 2.93 g 溶于水中, 加水至 200 mL, 摇匀。

三氯化铝溶液: 称取分析纯 ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 47.37 g 溶于 500 mL 水中, 加入 (1+1) 100 mL, 用水稀释至 1 000 mL, 摇匀。

1.3 方法的适应性及仪器测试条件

方法的适应性及仪器测试条件见表 1。

2 结果与讨论

2.1 燃烧器高度选择

2.1.1 K 与 Na

由图 1 可见, 当燃烧器高度为 4.5 mm ~ 6.5 mm, 而火焰呈贫燃时, Na 的发射强度最高^[1], 此时 1.5 mg/L 的 KCl 对 Na 的测定无干扰; 火焰呈富燃, 而燃烧器高度在 4.5 mm ~ 6.5 mm 时, 则 Na 的发射强度降低, 但当燃烧器高度为 10.5 mm ~ 15.5 mm 时, Na 的发射强度便完全不受 KCl 和乙炔

收稿日期: 2000-03-27; 修订日期: 2000-07-18

第一作者简介: 周世兴 (1946-), 男, 浙江临海人, 大学, 高级工程师, 获国家科技发明 3 等奖 1 项, 已发表论文 17 篇。

流量的影响。故实验选用在火焰上部测定 K 和 Na。

表 1 方法的适应性及测试条件

元 素	K	Na	Ca	Mg	
波长 λ /nm	766.5	404.4	589.0	330.2 422.7 285.2	
特征浓度 $c/(g \cdot L^{-1})$	0.04	20	0.02	2.8 0.08 0.02	
检出限 $l/(mg \cdot L^{-1})$	0.005	5	0.01	1.0 0.10 0.01	
工作曲线范围/ ($mg \cdot L^{-1}$)	0~4	50~100	0~2	10~50 0~10 0~2	
光谱通带 $\Delta\lambda$ /nm	0.1	0.05	0.2	0.05 0.1 0.2	
空气流量 $Q/(L \cdot min^{-1})$		7		7	
乙炔流量 $Q/(L \cdot min^{-1})$		1.0		1.9	
火焰类型	氧化性贫 火焰呈蓝色		还原性富 火焰呈黄色		
燃烧器高度 (至光束 中心距离)	(研 讨 待 定)				

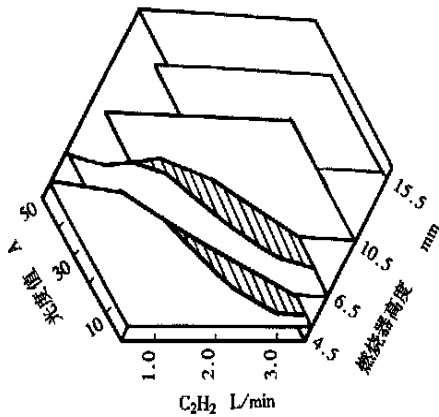


图 1 乙炔流量和燃烧器高度对 Na 光度值的影响

2.1.2 Ca 与 Mg

从图 2 看出, 当燃烧器高度为 6 mm, 火焰呈富燃时, 碱金属对 Ca、Mg 有轻微正干扰, 当燃烧器高度为 15 mm~ 25 mm 时, 有明显正干扰, 其中以燃烧器高度为 15 mm 处干扰最严重。各种碱金属产生正干扰的大小顺序为 $LiCl > NaCl > KCl > RbCl > ScCl$ 。火焰为贫燃时, 则不干扰 Ca 和 Mg 的测定, 而且燃烧器高度越低, Ca、Mg 的发射强度越大。

图 2 中, Ca 为 10 mg/L; 空气流量为 7 L/min;

燃烧器高度为 a: 6 mm, b: 15 mm, c: 25 mm。

2.2 共存离子的影响

一般在 K、Na、Ca、Mg 含量较高的情况下, 由于相互之间的影响对其测定都会带来明显误差^[2]。可以在标准溶液中加入与样品相同浓度的共存物质进行测定。

2.2.1 K 的测定

Na 和 Ca 对 K 的测定干扰是显著的, 特别是当 Na 和 Ca 的量大大超过 K 时, 更是如此。

在 3 倍~ 35 倍 Na 的存在下, 测定 1.5 mg/L K, 所得的值最大为 5.7 mg/L K, 正干扰为 280%。对于这种干扰, 可选用温度较低的火焰, 或者在 100 mL 样品中加入 10 mL 5.3 mg/mL Al(相当于样品中加入量 0.53 mg/mL Al) 予以消除。在血清中测定 K 一般不受伴随 Ca 的干扰。

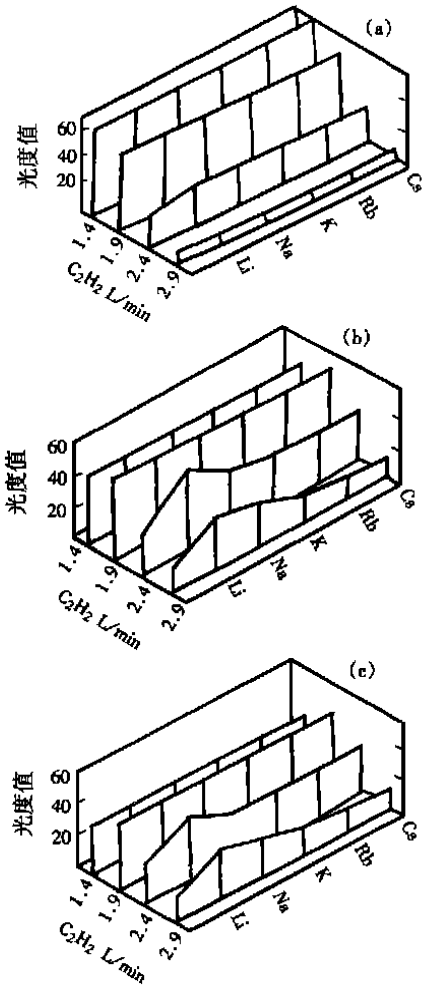


图 2 碱金属存在下乙炔流量对 Ca 的影响

(下转第 36 页)

中的有机物氧化并不完全,其氧化率明显低于重铬酸钾法。所以,对于一般水样必定有一部分物质不能在高锰酸钾法中被氧化,而可在重铬酸钾法中得以氧化。因此, $COD >$ 高锰酸盐指数。

3 $COD > BOD_5$

由于 COD 测试的氧化反应不但能氧化为微生物所能降解的有机物,而且也能氧化为微生物不能降解的有机物,见图 1。

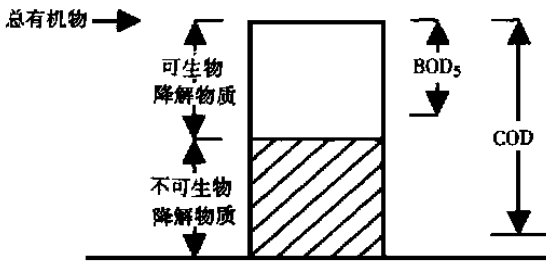


图 1 水中总有机物、 BOD_5 和 COD 的关系

由图 1 可知, COD 值比 BOD_5 值要高,即存在 $COD > BOD_5$ 的关系。换句话说, BOD_5 / COD 比值几乎均小于 1,如果出现大于 1 的情况,第一要检

查操作过程是否规范正确,第二要注意保证水样的均匀性。

一般地, COD 值可分为微生物可生化降解的有机物 COD 值(以 COD_B 表示)和微生物不能分解的有机物 COD 值(以 COD_{NB} 表示)两部分,即:

$$COD = COD_B + COD_{NB}$$

据研究 $COD_B = 1.72 BOD_5$,因而上式可改写为 $COD = 1.72 BOD_5 + COD_{NB}$ 。

4 地面水 $BOD_5 /$ 高锰酸盐指数比值

由于各种有机物的高锰酸钾法氧化率与生化需氧量氧化率存在差异, BOD_5 与高锰酸盐指数比值随水样中易氧化物质含量的变化而变化。所以, $BOD_5 /$ 高锰酸盐指数值常因水样中有机物组分的不同出现大于 1 或小于 1 的情况。在实际测试中,会经常发现受污染的地表水, BOD_5 值会高于高锰酸盐指数值。

[参考文献]

- [1] 曹凤中,戴天有. 地表水污染及其控制[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1993. 20.

(上接第 23 页)

2.2.2 Na 的测定

在 0.5 倍~ 2.5 倍 K 的存在下,测定 10.0 mg/L Na, 所得的值最大为 10.6 mg/L Na, 正干扰为 6%。实验表明可加入 0.5% Cs 作消除电离剂, Na 的发射强度基本在测定误差范围内。

2.2.3 Ca 的测定

在 5 倍~ 40 倍 Na 的存在下,测定 1.00 mg/L Ca, 所测得的最大值为 1.13 mg/L Ca, 正干扰为 13%, 通常在盐酸、硝酸或过氯酸体系中测定, 过氯酸则有明显正干扰, 一般样品或多或少均有磷酸根存在, 使 Ca 的测定产生负干扰。对上述干扰, 可通过加入 0.5% $SrCl_2$ 作释放剂予以消除。

2.2.4 Mg 的测定

在 1 倍~ 10 倍 Ca 和 Ba 的存在下, 测定 1.00 mg/L Mg 所得最低值为 0.78 mg/L Mg, 负干扰为 22%; 在 1 倍~ 10 倍 Sr、Na、K 的存在下, 测定 1.00 mg/L Mg, 所得最大值为 1.85 mg/L Mg,

正干扰为 85%。

对上述干扰, 只有在 Mg 含量较高, 共存物质较低的情况下, 测定的结果才有意义。

2.3 样品测定结果及回收率

大气降水样品测定结果及回收率见表 2。

表 2 大气降水样品测定结果及回收率

试 样	发 射 法			吸 收 法	
	测定值 $c / (mg \cdot L^{-1})$	RSD /%	回收率 /%	测定值 $c / (mg \cdot L^{-1})$	RSD /%
K	0.77	4.2	93	0.82	11.3
Na	1.28	3.7	106	1.07	10.5
Ca	3.54	6.3	84	2.98	5.1
Mg	0.26	9.4	112	0.19	7.2

[参考文献]

- [1] [德] 威尔茨 B. 李家照译. 原子吸收光谱法[M]. 北京: 地质出版社, 1989.
[2] 魏复盛, 齐文启. 原子吸收光谱及其在环境分析中的应用[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1988.

本栏目责任编辑 董思文