

# 流动注射梯度稀释法在原子吸收分析中的应用

白 强

(苏州市新区环境保护局, 江苏 苏州 215011)

**摘 要:** 提出了应用流动注射梯度稀释法与原子吸收光度法相结合, 样品不经稀释便可同时测定酸雨中不同浓度的钙。方法快速简便。

**关键词:** 流动注射; 原子吸收光度法; 钙

**中图分类号:** O 657. 31      **文献标识码:** B      **文章编号:** 1006- 2009(2001)06- 0026- 02

## Application of Flow- injection Serial Dilution Method in AAS

BAI Qiang

(Environmental Protection Bureau of Suzhou New District, Suzhou, Jiangsu 215011, China)

**Abstract:** Flow injection serial dilution techniques was combined with atomic absorption spectrometry (AAS) techniques to determine Ca in acid rain without samples' dilution. This method was fast and simple.

**Key words:** Flow injection; Atomic absorption Spectrometry; Ca

流动注射技术用于某些环境监测分析, 可使这些测定变得简便快速, 试剂用量大为减少<sup>[1,2]</sup>。试验表明, 还可应用流动注射稀释曲线斜率和延迟时间的分布模型, 不经任何稀释, 就能同时测定环境样品中不同浓度含量的待测元素。此模型对于梯度稀释理论的研究及其应用, 具有一定的实用价值。

### 1 理论部分

分析方法中的流动注射梯度稀释曲线斜率和延迟时间的分布模型可从下述 3 点给予导出:

(1) 流动注射中的样品带有分散的严格可控制性和高度重视性;

(2) 在一定浓度范围内测定的峰高值与浓度成正比关系;

(3) 流体分散的多釜串联模型<sup>[2]</sup>。

导出模型为:

$$C_n(t) = (C_0 / (n-1)!) \times (t/T_i)^{n-1} \exp(-t/T_i) \quad (1)$$

这里  $n$  为所用管线的理论釜数,  $T_i$  为流体在每一混合釜中的平均停留时间,  $t$  为延迟时间。

用下面提出的独特延迟时间测定方法,  $n$  可取为 1。从而根据浓度与测定峰高之间的正比关系,

从式(1)导出斜率  $B$  随延迟时间  $t$  的关系:

$$B = B_0 \exp(-bt) \quad (2)$$

公式(2)即为梯度稀释曲线斜率随延迟时间变化的理论模型。

### 2 试验方法

测定并扫描标准系列的峰高值  $A$  和浓度  $C$  梯度变化轮廓线。以峰高值达到最大值而又尚未落下的这一点作为  $t=0$ 。量取  $t$  从 0 到  $t$  之间各延迟时间点对应的各组标准系列的峰高值, 见图 1。并回归计算每组  $A-C$  数据线性部分的斜率。用这些斜率-延迟时间( $B-t$ )数据通过回归分析即可得出  $B-t$  模型。

在相同试验条件下, 应用流动注射火焰原子吸收法测定的常见元素, 在常规的线性吸光值范围内, 任一延迟时间所对应的  $A-C$  数据均符合正比关系, 相关系数大于 0.999。

试验发现, 通常实际得到的  $B-t$  数据并不完全符合上述导出的  $B-t$  理论模型(2), 而与下一

收稿日期: 2001- 05- 21; 修订日期: 2001- 09- 11

作者简介: 白 强(1963- ), 男, 山西太谷人, 硕士, 工程师, 从事环境监测和环境管理工作。

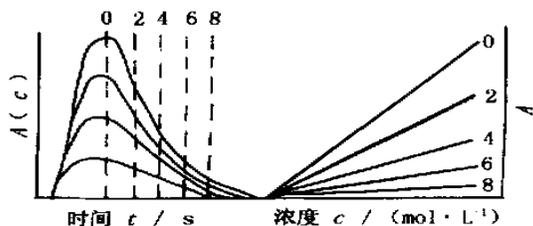


图1 流动注射梯度稀释的原理

模型完全吻合, 即

$$B = B_0 \exp(-at^2 - bt) \quad (3)$$

出现这一情况的原因, 主要是流动注射中的稀释管线并不是一个理想混合器, 即模型(1)的理论釜数  $n$  不等于 1, 而是大于 1。因此, 斜率  $B$  随延迟时间  $t$  的下降速度比单级理想混合要快。

试验结果表明, 对于同一流注射系统, 模型(3)中只有  $B_0$  随待测元素不同而不同, 而  $a$  和  $b$  基本固定不变。统计检验结果说明, 不同待测元素的  $a$  和  $b$  之间并无显著性差异, 而由流动注射的系统参数所决定。

### 3 酸雨中钙的测定

由于流动注射可选用不同的延迟时间  $t$ , 相应得到不同的稀释度, 从而不需稀释样品便可同时测定酸雨中不同含量的钙。

#### 3.1 主要仪器与试剂

LZ-1010 型八通道蠕动泵; LZ-1020 型进样阀(沈阳电影反光镜厂); 岛津 AA-650 型火焰原子吸收光谱仪。1 000 mg/L 钙标准溶液; 50 g/L 氯化镉溶液。

#### 3.2 操作步骤

连接流动注射仪(FIA)和火焰原子吸收光谱仪(FAAS), 样品从进样口注入, 载流去离子水由高压恒流泵泵入, 氯化镉溶液作为释放剂经蠕动泵泵入。使用时先将阀处于测定状态, 使样品采样环充满样品, 然后把阀处于控时稀释状态, 这时样品采样环中的样品在载流去离子水推动下进入样品区域采样环, 阀停留的时间(即延迟时间)  $t$  应根据样品中待测元素的含量而定。测定含量越高, 延迟时间就越长, 通常多为 2 s ~ 5 s。这种被稀释的样品再与试剂一起进入反应盘中混合, 然后按 AAS 工作条件在仪器上测定。

#### 3.3 钙的测定工作条件

波长 422.7 nm, 灯电流 7 mA, 光谱带宽

0.4 nm, 空气流量 4.8 L/min, 乙炔流量 0.8 L/min, 燃烧器高度 6.0 mm。

#### 3.4 延迟时间 $t$ 的选择

延迟时间  $t$  值越大, 梯度稀释就越大, 标准曲线浓度范围也相应变宽。试验表明,  $t = 1$  s, 钙的标准曲线范围为 0 mg/L ~ 25 mg/L;  $t = 2$  s, 则为 0 mg/L ~ 125 mg/L。这对于工地区域酸雨中钙的测定正好适用。如钙含量还要高, 可选择  $t = 3$  s,  $t = 4$  s .....直到样品钙的峰值落在同一  $t$  值的标准曲线范围内。

#### 3.5 样品测定结果与常规 AAS 测定结果对照

应用流动注射梯度稀释法测定酸雨中高含量钙与常规 AAS 人工稀释法测定的结果基本一致, 见表 1。对于表 1 中 3 种酸雨中钙的含量连续测定 6 次, 所得相对标准差小 4%, 加入样品中的钙标准溶液为 5.00 mg/L 和 50.0 mg/L, 其回收率分别为 91% 和 106%。

表 1 酸雨中钙测定结果及比较

延迟时间 $t/s$	FIA-AAS		AAS
	$t = 1$ s	$t = 2$ s	
标准曲线范围 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	0~25	0~150	0~5
工地区域酸雨 样钙含量 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$			
初期雨		80.1	83.5 <sup>①</sup>
中间雨	6.14		6.02 <sup>②</sup>
后期雨	4.63		4.77

①稀释 20 倍测定

②稀释 2 倍测定

#### [参考文献]

- [1] 刘宏远. 流动注射法在环境分析中的应用[J]. 分析化学译刊, 1985, 2(11-12): 2-20.  
[2] 李永生, 承慰才, 孟广政. 流动注射分析[J]. 分析化学译刊, 1986, 3(11-12): 34.

• 动态 •

## 真空紫外线测定二恶英

日本三菱重工业开发了能在短时间内检出垃圾焚烧炉排气中二恶英技术。应用能量更强的真空紫外线能使测定时间从过去两星期左右缩短为 1 h。从焚烧炉或集尘器出口采集排气, 以特殊的吸附剂浓缩排气中的二恶英, 再用真空紫外线进行分析。

洪蔚编译自《资源环境对策》2001, Vol 37, No 6