

原子吸收光谱仪七种元素吸收谱图的研究

赵恒康^① 甘健民

(中国科学院昆明生态研究所 昆明市教场东路 25 号 650223)

摘 要

原子吸收光谱分析法具有许多优越性,但其线性范围较窄。各元素的线性浓度范围,国内外仪器厂商及有关专著均未给出,这给我们的分析工作带来诸多不利。为此,作者对 7 种元素的原子吸收谱图进行了分析研究,分别找出了 7 种元素在 4 种仪器工作条件下的浓度线性区。对减少样品前处理过程中的盲目性以及提高分析数据的准确性具有重要意义。

关键词 原子吸收光谱法, 吸光度, 线性范围。

1 前言

原子吸收光谱分析是近三四十年发展起来的一种新的分析技术。由于它灵敏度高,可进行微量及痕量分析,并且能测定多达六七十种元素,因此,原子吸收分析法作为一种新的分析方法,已被人们普遍承认和接受,并且在冶金、地质、环保、农业、医药和商检等部门得到了广泛的应用。

虽然原子吸收光谱分析法具有许多优越性,但“金无足赤”,世间万物不都是完美无缺的,原子吸收光谱法也不例外。

我们知道,原子吸收分析法是以基态自由原子对光辐射能的共振吸收为理论依据的,它在一定条件下符合于朗伯-比耳定律(Lambert-Beer Law),也即是说,基态原子吸收的光强与样品浓度成线性关系。换言之,样品浓度增大,吸光度也随之增大,两者之间呈比例关系,但是,样品浓度须在一定范围内才能符合朗伯-比耳定律,否则会偏离朗伯-比耳定律,浓度增加,吸光度将不按比例增加,校准曲线将向浓度轴方向弯曲。此时若用弯曲的校准曲线来计算样品含量的话,势必产生很大的误差。

有鉴于此,对各种元素的原子吸收谱图进行研究,找出每种元素校准曲线呈线性的浓度范围,这对提高分析数据的准确性是至关重要的。

针对这个问题,我们对 7 种元素的原子吸收谱图进行了研究,分别找出了 7 种元素在 4 种仪器工作条件下的浓度线性区。现将研究工作中的有关问题分述如下。

2 仪器

我们使用的仪器为日本日立公司 170-30 型原子吸收分光光度计,记录仪为日立 611 型数字打印机及日立 QD15 型模拟记录仪。

^①联系人, 电话: (0871) 5160721

3 仪器工作参数

3.1 燃烧头及标尺控制

与其他厂家的原子吸收光谱仪一样, 170-30 型原子吸收光谱仪在电路系统设置了“标尺扩大和缩小”, 通过按键及旋钮, 可以从 $\times 1/10 - \times 10$ 倍选择标尺, 另外, 燃烧头均设计为可旋转式, 通过转动燃烧头的位置, 可在 $0-90^\circ$ 的范围内改变其与光轴之间的夹角, 从而改变吸收光程, 以改变吸收灵敏度。根据标尺及燃烧头的情况, 我们选择标尺及燃烧头的工作条件为如下 4 组: 见表 1。

3.2 阴极灯电流及光电倍增管高压

阴极灯为日立空心阴极灯, 其允许最大灯电流值为 20mA, 推荐的工作电流值为 10 – 15mA, 因此我们选择灯电流为 10mA。由于不同的元素灯其辐射的共振线强弱不同, 因此, 虽灯电流相同, 但其输出能量不同, 其所需光电倍增管高压固然也不同。因此, 调节增益旋钮(即光电倍增管高压调节旋钮), 使能量表指针在喷雾空白溶液时达到达 100T%(即“零吸收”), 此时, 光电倍增管高压即调好。

表 1 标尺及燃烧头的工作条件

条件	1	2	3	4
标尺扩大和缩小	$\times 1$	$\times 1/10$	$\times 1$	$\times 1/10$
燃烧头角度	0°	0°	90°	90°

4 标准溶液配制

标准溶液可采用光谱纯物质配制或其氧化物配制, 一般资料均有介绍, 故不赘述。值得一提的是必须采用逐级稀释的办法来配制低浓度标液, 另外, 浓度小于 $1\mu\text{g}/\text{mL}$ (1ppm) 的系列标准溶液, 应于测定当天配制, 不宜久存。

5 各元素的线性区

分别选择上述 4 组仪器工作条件, 依次测定不同的系列标准溶液, 在 QD15 型模拟记录仪上, 可得到相应的吸收谱图, 同时, 611 型数字打印机可记录下谱图的每一个吸收峰的峰高读数, 由每一组系列标准溶液浓度值 C 及与其对应的吸收峰值 A , 都可作出一条 $A-C$ 曲线, 根据 $A-C$ 曲线, 我们可以得出各元素在不同仪器条件下的线性范围, 见表 2。

表 2 不同仪器条件各元素的线性范围 (ppm)

条件组别		1	2	3	4
仪器条件	标尺扩大和缩小	$\times 1$	$\times 1/10$	$\times 1$	$\times 1/10$
	燃烧头角度	0°	0°	90°	90°
元素线性范围	铜的线性范围	0– 2.5	0– 8	0– 50	0– 50
	锌的线性范围	0– 1	0– 2	0– 10	0– 10
	锰的线性范围	0– 5	0– 5	0– 25	–
	钾的线性范围	0– 1.2	0– 2	0– 12	0– 31
	钠的线性范围	0– 1	0– 2	0– 10	0– 10
	钙的线性范围	0– 25	0– 40	0– 100	–
	镁的线性范围	0– 0.5	0– 1.5	0– 2	0– 15

6 结果分析

- 1) 从表 2 中我们可以看出, 不同元素的线性范围彼此各不相同; 例如, 铜的最大线性范围是 0– 50ppm, 而锌的最大线性范围则是 0– 10ppm;
- 2) 元素浓度超出其线性范围后, $A-C$ 曲线逐渐向浓度轴弯曲, 浓度越高, 弯曲越严重, 甚至弯

曲部分几乎成为与浓度轴平行的直线! 见图 1。

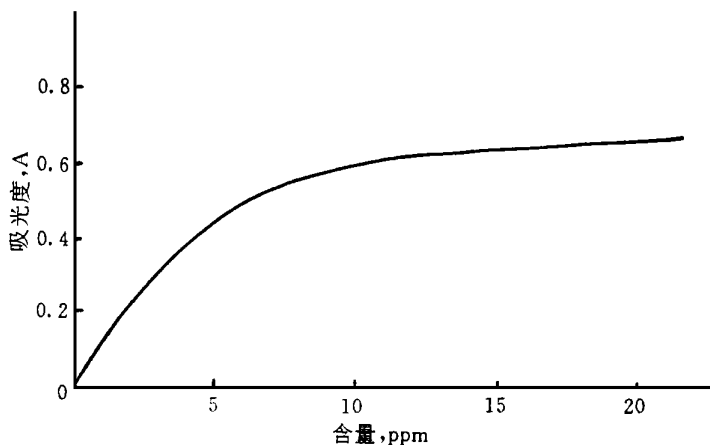


图 1 镁的 $A-C$ 曲线, 标尺: $\times 1/10$, 燃烧头: 0°

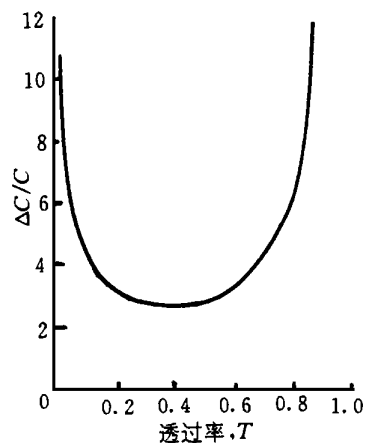


图 2 测光误差曲线

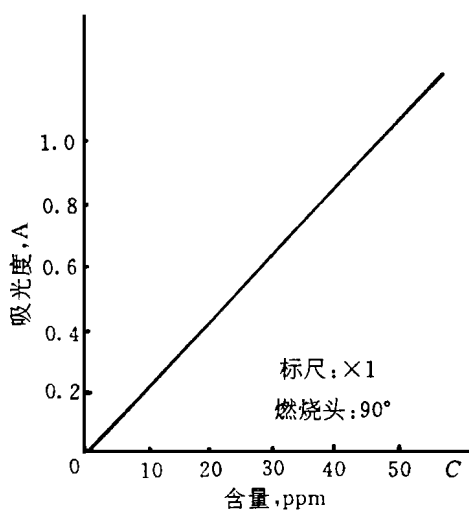


图 3 铜的 $A-C$ 曲线

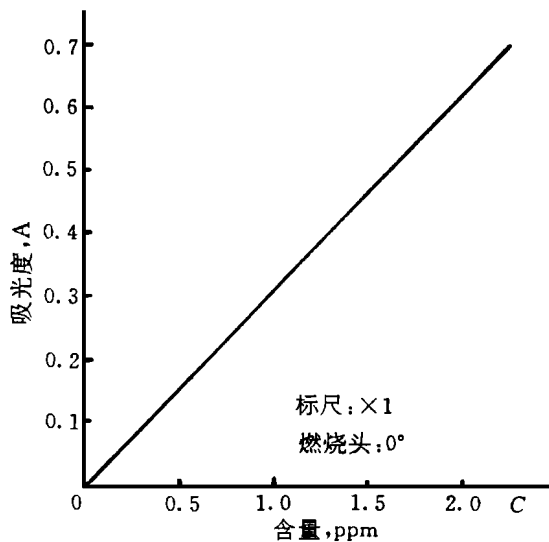


图 4 铜的 $A-C$ 曲线

3) 根据测光误差曲线, 见图 2, 在 20% 至 65% 透光率范围内, 即 0.2 至 0.7 吸光度, 测光的相对误差较小, 因此, 虽然待测样品的浓度处在线性范围内, 为了减小误差, 仍应根据样品的浓度来选择适当的仪器工作条件, 使待测样品的吸光度在 0.2–0.7 之间, 例如, 当样品中铜的浓度为 0.5–2ppm 范围时, 虽然我们不知道铜的最大线性范围是 0–50ppm, 0.5–2ppm 的浓度必然处于线性区内, 但是, 如果我们用图 3 的条件来测定, 虽然吸光度必定在 $A-C$ 曲线的直线范围内, 但吸光度极低, 2ppm 的吸光度仅有 0.05 左右, 如果我们采用图 4 的条件来测定的话, 1ppm 的吸光度是 0.32, 而 2ppm 的吸光度达 0.62, 同是相同浓度的样品, 采用不同的条件测定, 吸收灵敏度不同, 即吸光度不同, 所以我们应根据样品浓度范围, 选择适宜的条件, 尽量使待测样品的吸光度值落在 0.2–0.7 之间。

7 讨论

通过对 7 种元素吸收谱图的研究, 对提高分析数据的准确性起到了至关重要的作用。并具有如下意义:

- 1) 便于选择最佳仪器条件。由于知道了每种条件下的最适当浓度范围, 我们就可以根据样品的含量范围选择最适宜的仪器工作条件。
- 2) 对样品的前处理过程具有指导意义。每一种仪器条件, 对应—最适宜浓度范围, 根据样品的大致含量范围, 我们可有目的地增减样品的称样量(或稀释倍数), 使样品的浓度适宜于某一仪器条件, 有效地避免了样品前处理过程中的盲目性。
- 3) 利用谱图, 可对未知样的吸收峰进行粗略定量。
- 4) 对照谱图, 能间接地查找仪器故障和样品前处理过程中的失误。

8 参考文献

- [1] 邓勃. 原子吸收分光光度法. 北京: 清华大学出版社, 1982.
- [2] 原子吸收光谱分析编写组. 原子吸收光谱分析. 北京: 地质出版社, 1979.
- [3] 蔡德. 光谱分析辞典. 北京: 光谱实验室编辑部, 1987.

Study of Absorbance of Seven Elements in Atomic Absorption Spectrometer

ZHAO Hengkang GAN Jianmin

(Kunming Institute of Ecology, The Chinese Academy of Sciences, No. 25 Jiaochangdong Lu, Kunming 650223, P.R. China)

Abstract

The absorbance of seven elements was studied in this paper. The linear zone of concentration of seven elements with different conditions are obtained by AAS.

Key words Atomic Absorption Spectrometry, Absorbance, Linear Zone.

简 讯

北京市第二中级人民法院 对华宝智侵害本刊主编名誉权作出终审裁决

1995 年 5 月 10 日, 华宝智伙同其妻胡连芳, 假冒“原光谱能谱分析情报网财务组”名义, 写就“致全体网员的公开信”, 随即向全国各地的情报网成员单位寄出了 265 封(最低估计), 侵害本刊法定代表人——主编(兼情报网秘书长)周开亿的名誉权。1996 年 11 月 30 日本刊主编周开亿向法院起诉, 1998 年 4 月 15 日北京市第二中级人民法院作出“(1997)二中民终字第 1304 号”终审裁决, 主要内容如下:

“一、华宝智当庭向周开亿就《公开信》失实部分赔礼道歉(已执行)

二、华宝智赔偿周开亿精神损失费人民币二千元(已执行)。”

光谱实验室编辑部