

火焰原子吸收法快速测定 矿泉水中10种元素

吴保承

(化工系)

一、前言

矿泉水作为一种饮料在国外已广为普及,近几年其产量、销量日益增长,在某些西方国家其销量甚至超过啤酒的销量。矿泉水也逐步进入饮料行业,产量有所上升。矿泉水不但可作为饮料,而且也可作为一种保健和辅助疗效饮料。

矿泉水之所以深受人们的喜爱,其重要的是矿泉水富含大量人体所必需的常量和微量元素,如钾、钠、钙、镁、锌、铜、铁、钴、镍、锰等,这些常量和微量元素的长期摄入,将对人体的保健、发育具有明显的益处。^[1]

随着矿泉水需求量的增长,国内外正在兴起强化矿化水的研究,以满足矿泉水的需求量和无矿泉水资源地区人们饮用。为此,就有必要提出如何快速测定矿泉水中常量和微量元素的含量以识别矿泉水的优劣。本文提出采用火焰原子吸收法快速连续测定矿泉水及矿化水中钾、钠、钙、镁、锌、铜、铁、钴、镍、锰等十种元素的含量,方法简便可靠,测定速度快,样品无需特殊处理,适合矿泉水的快速监测。

二、实验部分

1. 仪器及主要试剂

1) 仪器

- ①美国 PERKIN-ELMER 公司 3030 型原子吸收分光光度计
- ②PR-100 打印机及 R-100A 记录仪(PERKIN-ELMER)

2) 主要试剂

①钾、钠、钙、镁、锌、铜、铁、钴、镍、锰标准溶液均用光谱纯基准试剂配制成每毫升含1毫克钾、钠、钙、镁、锌、铜、铁、钴、镍、锰的标准储备液

②硝酸、硫酸、盐酸(优级纯)

③所用水均为超纯水

2. 测定条件

经试验选择^[4],测定10种元素的最佳条件见表1。

本文1987年5月7日收到。

表1 火焰原子吸收法测定10种元素的条件

测定条件	钾	钠	钙	镁	锌	铜	铁	钴	镍	锰
波长(Å)	7665	5890	4227	2852	2139	3243	2483	2407	2320	2295
灯电流(mA)	10	10	10	2	6	10	12	12	10	5
狭缝宽度(mm)	0.7	0.2	0.7	0.7	0.7	0.7	0.2	0.2	0.2	0.2
燃烧器高度(mm)	10	9	10	9	10	10	9	9	10	10
空气流量(l/min)	40	40	45	40	35	35	40	35	35	35
乙炔流量(l/min)	10	10	10	10	10	5	5	5	5	5
能量	53	42	61	42	39	59	31	44	45	31

3. 分析方法

1) 样品处理与分析

过滤 500ml 水样(主要滤去悬浮物和不溶物等杂质)于旋转蒸发器或大口烧杯中,加 5ml HNO_3 ,置电炉上加热蒸发(如在烧杯中加热蒸发,注意温度不宜过高,保持微沸即可)至体积小于 50ml,洗涤转移至 50ml 容量瓶中,以超纯水定容,摇匀。此浓缩富集样,可用于测定锌、铜、铁、钴、镍、锰等微量元素,在仪器最佳操作条件与标准系列同时测定。

测定钾、钠、钙、镁等常量元素,则视样品中含量适当稀释,配成 10% HNO_3 溶液,在仪器最佳操作条件下与标准系列同时测定。

2) 标准曲线绘制

本法采用混合标准溶液,将 10 种元素分成二组:

I 组为钾、钠、钙、镁、锌;

II 组为铜、铁、钴、镍、锰。

① I 组标准曲线的绘制

分别取钾 25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、钠 25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、钙 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、镁 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、锌 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 混合标准液 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00ml 于 50ml 容量瓶中,加 5ml 硝酸,以超纯水定容,摇匀,在仪器最佳操作条件下,测定吸光度,绘制标准曲线,如图 1。

② II 组标准曲线的绘制

分别取铜 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、铁 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、钴 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、镍 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、锰 25 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 混合标准液 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00ml 于 50ml 容量瓶中,加 5ml 硝酸,以超纯水定容,摇匀,在仪器最佳操作条件下,测定吸光度,绘制标准曲线,如图 2。

4. 干扰试验

1) 无机酸的影响

处理样品时,为防止 pH 值过大,引起某些金属离子的沉淀,应适当加入一定量的酸,以降低 pH 值,保持样品在酸性条件下浓缩及测定。对选用何种酸较适合,作者进行了比较试验。

试验了 HNO_3 、 H_2SO_4 、 HCl 对测定 K、Na、Ca、Mg、Zn、Cu、Fe、Co、Ni、Mn 的影响,见图 3—8。

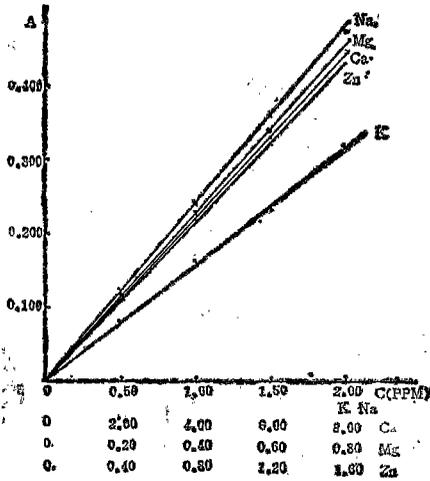


图1 钾、钠、钙、镁、锌、标准曲线

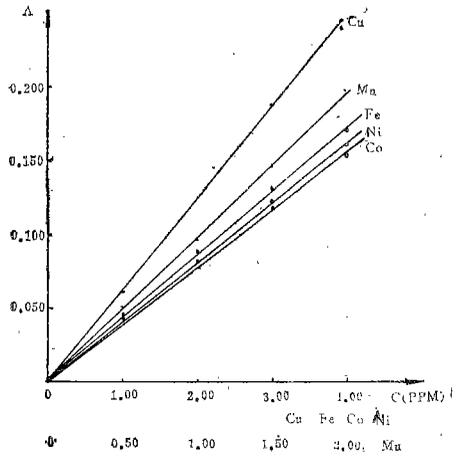


图2 铜、铁、钴、镍、锰标准曲线

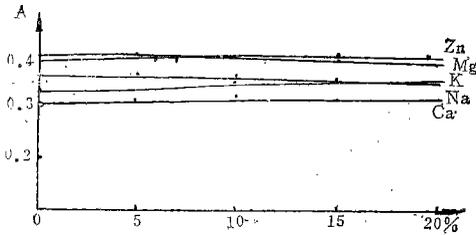


图3 HNO₃对K、Na、Ca、Mg、Zn的影响

(K2.0μg/ml Na1.5μg/ml Ca4.0μg/ml Mg0.6μg/ml Zn1.2μg/ml)

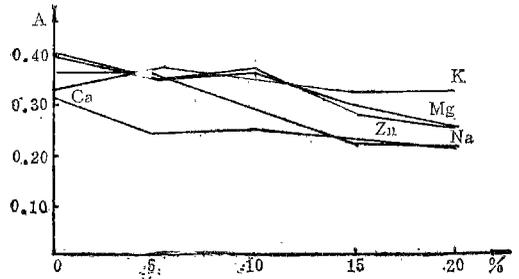


图4 H₂SO₄对K、Na、Ca、Mg、Zn的影响

(K2.0μg/ml Na1.5μg/ml Ca4.0μg/ml Mg0.6μg/ml)

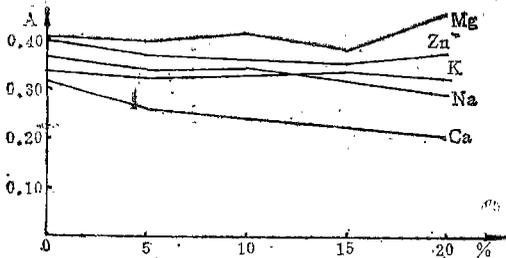


图5 HCl对K、Na、Ca、Mg、Zn的影响

(K2.0μg/ml Na1.5μg/ml Ca4.0μg/ml Mg0.6μg/ml Zn1.2μg/ml)

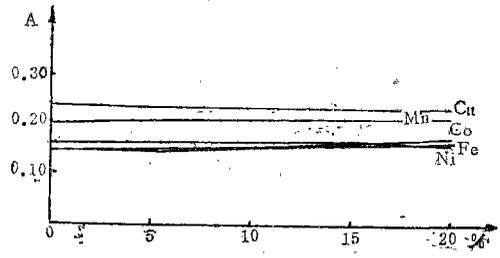


图6 HNO₃对Cu、Fe、Co、Ni、Mn的影响

(Cu, Fe, Co, Ni4.0μg/ml Mn2.0μg/ml)

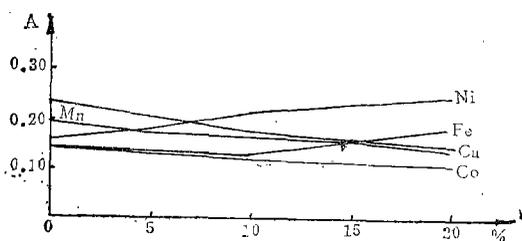


图7 H₂SO₄对Cu、Fe、Co、Ni、Mn的影响

(Cu、Fe、Co、Ni、4.0μg/ml
Mn2.0μg/ml)

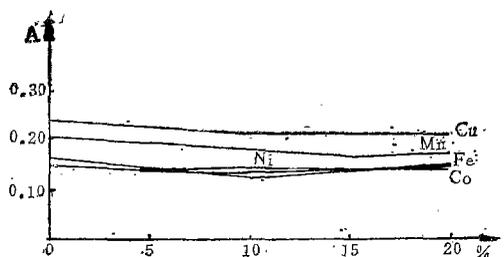


图8 HCl对Cu、Fe、Co、Ni、Mn的影响

(Cu、Fe、Co、Ni4.0μg/ml
Mn2.0μg/ml)

图3—8表明：HNO₃对测定10种金属元素的干扰最小，即使在20%浓度下，对测定也无明显影响，在5%—10%浓度下，对测定无影响；H₂SO₄对测定Na、Ca、Mg、Zn、Cu、Co、Mn有负干扰，而对测定Ni则有正干扰；HCl对测定Na、Ca、Zn、Cu、Mn有负干扰，对测定Mg不稳定；随着H₂SO₄、HCl量的增加，改变了测定元素的电离平衡，也可能改变了离子的解离能，增加或降低了电离度，故产生正或负的干扰。实验表明，采用HNO₃作介质，测定10种金属元素效果最为理想。

2) 共存元素的干扰

本法测定对象为饮水或饮用矿泉水，其共存元素大部分含量均较低，根据资料表明^{[1]、[2]}，其它微量元素对本法无明显干扰，本文仅考虑I、II组离子本身间的互相干扰，见表2—3。

表2 钾、钠、钙、镁、锌的互相干扰

干扰元素	添加量 (ppm)	钾		钠		钙		镁		锌	
		加入 (ppm)	测定 (ppm)								
钾	500	2.00	2.00	1.50	1.47	4.00	3.96	0.60	0.61	1.20	1.18
钠	500	2.00	2.05	1.50	1.50	4.00	3.95	0.60	0.61	1.20	1.20
钙	500	2.00	1.97	1.50	1.48	4.00	4.00	0.60	0.58	1.20	1.23
镁	250	2.00	2.03	1.50	1.52	4.00	4.03	0.60	0.60	1.20	1.21
锌	100	2.00	2.02	1.50	1.51	4.00	4.06	0.60	0.62	1.20	1.20

表3 铜、铁、钴、镍、锰的互相干扰

干扰元素	添加量 (ppm)	铜		铁		钴		镍		锰	
		加入 (ppm)	测定 (ppm)								
铜	100	3.00	3.00	3.00	2.96	3.00	3.00	3.00	3.05	1.50	1.52
铁	100	3.00	3.05	3.00	3.00	3.00	2.98	3.00	3.02	1.50	1.49
钴	100	3.00	3.04	3.00	3.01	3.00	3.00	3.00	2.97	1.50	1.51
镍	100	3.00	2.94	3.00	3.03	3.00	3.02	3.00	3.00	1.50	1.50
锰	100	3.00	2.99	3.00	2.97	3.00	3.05	3.00	3.03	1.50	1.50

表2、3表明：I组钾、钠、钙、镁、锌和II组铜、铁、钴、镍、锰本身互相干扰不明显。对于矿泉水体系，测定元素含量均较低的情况，混合标准溶液可完全适用定量测定。

5. 测定结果、回收试验及方法精密度等

1) 测定结果

作者对苏州天平矿泉水，宜兴茗岭矿泉水，青岛崂山矿泉水及法国矿泉水(样品)作了测定，其结果见表4。

表4 分析结果(PPM)

矿泉水产地	钾	钠	钙	镁	锌	铜	铁	钴	镍	锰
苏州天平	1.25	70.0	30.1	10.10	0.014	0.003	0.046	0.001	0.001	0.130
宜兴茗岭	0.43	2.1	35.3	2.40	0.008	0.001	0.020	未检出	0.001	0.005
青岛崂山	133.0	110.0	77.5	6.60	0.050	0.003	0.130	0.001	0.015	0.020
法国	0.47	10.0	90.2	15.00	0.030	0.001	0.030	0.001	0.050	0.006

2) 回收率试验

回收试验见表5、6。

表5 钾、钠、钙、镁、锌的回收

样品号	钾			钠			钙		
	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)
1*	1.00	0.98	98	1.00	0.99	99	2.00	2.04	102
2*	1.00	0.99	99	1.00	0.97	97	2.00	1.98	99

样品号	镁			锌		
	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)
1*	0.50	0.51	102	0.80	0.77	96
2*	0.50	0.50	100	0.80	0.80	100

表6 铜、铁、钴、镍、锰的回收

样品号	铜			铁			钴		
	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)
1*	2.00	1.95	98	2.00	2.00	100	2.00	2.02	101
2*	2.00	1.93	97	2.00	1.98	99	2.00	2.03	102

样品号	镍			锰		
	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)	加入(ppm)	回收(ppm)	回收率(%)
1*	2.00	1.96	98	1.00	0.97	97
2*	2.00	2.04	102	1.00	0.98	98

表5、6表明,10种元素的回收率在96%—102%,回收情况良好。

3) 精密度试验

对A样品进行了11次平行测定,精密度见表7

表7 测定精密度

元素	测得结果 (ppm)	平均值(ppm)	标准偏差	变异系数
钾	1.23, 1.26, 1.24, 1.20, 1.25, 1.23, 1.23, 1.22, 1.21, 1.24, 1.26	1.24	0.02	1.61%
钠	68.5, 69.7, 70.4, 70.5, 70.0, 70.8, 96.2, 69.5, 69.3, 70.3, 69.8	69.8	0.67	0.96%
钙	29.6, 29.8, 30.4, 30.0, 30.6, 29.5, 29.3, 30.9, 30.6, 29.2, 29.4	29.9	0.60	2.00%
镁	9.8, 9.5, 9.3, 10.5, 10.3, 10.0, 10.1, 9.2, 9.1, 9.5, 10.0	9.8	0.46	4.75%
锌	0.013, 0.014, 0.016, 0.016, 0.015, 0.015, 0.013, 0.014, 0.014, 0.015, 0.013	0.014	0.0012	8.00%
铜	0.009, 0.010, 0.008, 0.008, 0.009, 0.008, 0.010, 0.010, 0.010, 0.009, 0.008	0.009	0.0009	10.0%
铁	0.043, 0.042, 0.042, 0.046, 0.047, 0.047, 0.046, 0.045, 0.045, 0.043, 0.046	0.045	0.0019	4.23%
锰	0.127, 0.126, 0.126, 0.130, 0.132, 0.131, 0.128, 0.129, 0.127, 0.130, 0.131	0.129	0.0021	1.66%

4) 人工混合配制样品测定结果及误差

为验证本方法的可靠性与可行性,作者人为配制了三份模拟矿泉水样品,含量分别在高、中、低三档,在仪器最佳条件下测定,结果见表8。

表8 人工配制样品测定结果

编号	钾			钠			钙			镁			锌		
	配制量 (ppm)	测定 (ppm)	误差												
1*	50.0	49.8	-0.2	100	98.7	-1.3	100	99.0	-1.0	20.0	20.3	+0.3	1.00	0.98	-0.02
2*	5.00	4.90	-0.10	10.0	9.9	-0.1	50.0	49.6	-0.4	10.0	10.4	+0.4	0.50	0.51	+0.01
3*	0.50	0.52	+0.02	1.00	1.01	+0.01	25.0	2.48	-0.02	5.00	4.95	-0.05	0.10	0.08	-0.02
编号	铜			铁			钴			镍			锰		
	配制量 (ppm)	测定 (ppm)	误差												
1*	1.00	0.96	-0.04	1.00	1.02	+0.02	1.00	1.04	+0.04	1.00	0.99	-0.01	1.00	0.96	-0.04
2*	0.50	0.52	+0.02	0.50	0.51	+0.01	0.50	0.51	+0.01	0.50	0.47	-0.03	0.50	0.53	+0.03
3*	0.10	+0.11	+0.01	0.10	0.09	-0.01	0.10	0.08	-0.02	0.10	0.11	+0.01	0.10	0.12	+0.02

表8表明：人工模拟的矿泉水测定结果良好，方法可行。

三、讨 论

1) 本方法主要特点是快速连续测定, 样品无需复杂处理, 其速度是一般常规化学分析及比色分析所无法比拟的, 分析一个样品仅需1小时左右即能在同一体系中测定10种金属元素的含量。

2) 本法测定矿泉水中10种金属元素回收率在96—102%, 变异系数为0.96—10.0%。本法可在卫生防疫站, 食品检测站等科研单位和生产矿泉水厂家监测矿泉水质量指标中使用。

3) 本法不仅适用于矿泉水中10种金属元素的快速测定, 对饮用水、地层水、地下水、河水、江水、非饮用水等同样适用。作者曾用此法对玉门油田地层水进行测定, 结果令人满意。

4) 本法作为一种矿泉水中常量和微量金属元素的测定手段, 国内尚无报道, 作者认为对目前正在兴起的强化矿泉水, 矿化水的研究及生产具有指导意义。

致谢: 本文得到刘荣连老师的帮助, 在此表示感谢。

参 考 文 献

- [1] [日]武内次夫、铃木正己, 《原子吸收分光光度分析》科学出版社, 1975
- [2] 范健, 《原子吸收分光光度法》, 湖南科学技术出版社, 1981
- [3] 裘家奎、顾庆超, 《元素与人》, 江苏科学技术出版社, 1979
- [4] 刘荣连、吴保承, 《食品与发酵工业》7-21, 5, 1982

87036

火焰原子吸收法快速测定矿泉水中10种元素《无锡轻工业学院学报》1987年,第6卷,第4期

主题词 火焰;原子光谱;测定;矿泉水

摘要 本文提出用原子吸收法快速测定矿泉水中10种元素含量的方法,对元素间的相互干扰进行了探讨。本法具有快速,简单可靠,样品无需特殊处理等特点。10种元素测定回收率在96—102%,变异系数为0.96—10.0%。

作者: 吴保承

87037

金电极阳极溶出伏安法测定河产品中微量砷《无锡轻工业学院学报》1987年,第6卷,第4期

主题词 砷;微量分析;金属电极;阳极溶出伏安法/淡水鱼

摘要 采用金电极阳极溶出伏安法测定食品中微量砷,以还原蒸馏法分离干扰离子,在静止溶液中富集 As^{3+} ,此法测定范围可从25—400ppb。用本法分析水质、饮料、植物油、河产品中微量砷的砷可得到满意结果。

作者: 余槐、李永贞、蒋雄图

87038

摆动从动杆盘状凸轮机构的运动设计——同时考虑许用压力角和最小曲率半径优化的设计《无锡轻工业学院学报》1987年,第6卷,第4期

主题词 凸轮机构;最佳化设计;压力角

摘要 本文对摆动从动杆盘状凸轮机构的最大压力角和最小曲率半径问题进行了详细的讨论。根据优化原理,同时考虑许用压力角和最小曲率半径,对摆动从动杆盘状凸轮机构进行了最佳化设计。在仅给出摆杆运动规律、摆杆最大摆角和相应凸轮转角的情况下,直接确定凸轮的基圆半径、摆杆长度和摆杆初始位置角。

作者: 吕庸厚、周榴明

87039

输送链的结构与齿形探讨《无锡轻工业学院学报》1987年,第6卷,第4期

主题词 链;输送链;变节距;定节距;“包络—轨迹”法修正齿形

摘要 本文讨论了链传动中克服和消除多边形效应的新途径。利用包络原理,求出平动时链传动的齿形。传动中链节距和链节齿在啮合点一道旋转,实现变节距或定节距传动。并提出了用“包络—轨迹”对平动齿形进行修正,传动中链节体的前较链沿圆弧运动,后较链作平动,完全消除链传动中的多边形效应。最后提出了对结构设计产生影响的几种啮合情况。

作者: 杜康宁

87038

THE KINEMATICS OPTIMAL DESIGN OF RADIAL CAM MECHANISM with SWINGING ROLLER FOLLOWER —OPTIMAL DESIGN in CONSIDERATION OF BOTH the PERMITTED PRESSURE ANGLE and MINIMAL RADIUS of CURVATURE 《Journal of the Wuxi Institute of Light Industry》Vol.6, No.4, 1987

SUBJECTWORDS Cam mechanisms; Optimization; Pressure angles

ABSTRACT In this paper, the pressure angle and minimal radius of curvature of cam mechanism with swinging roller follower are discussed in details. According to the principle of optimization and considering the permitted pressure angle and minimal radius of curvature at the same time, the kinematics optimal design of radial cam mechanism with swinging roller follower is completed. When given the motion and maximal swinging angle of follower, and the corresponding rotation angle of cam, the minimal prime circle radius of cam, and the length and initial position angle of follower can be determined directly.

Author: Leu Yonghou Zhou Linming

87036

RAPID DETERMINATION OF TEN KINDS OF ELEMENTS in MINERAL WATER by FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY 《Journal of the Wuxi Institute of Light Industry》Vol.6, No.4, 1987

SUBJECTWORDS Flame; Atomic absorption spectrum; Determination;

Mineral spring

ABSTRACT A method of rapid determination of the amount of ten kinds of elements in mineral water by flame atomic absorption spectrometry is introduced. The interferences among elements are studied. Rapidity, simplicity and reliability are the characteristics of this method. And also samples were not treated specifically. The determination recoveries of the ten elements are 96—102%. The coefficients of variation are 0.96—10.0%.

Author: Wu Baocheng

87039

AN APPROACH to the STRUCTURE and TOOTH SHAPE of TRANSPORT CHAIN 《Journal of the Wuxi Institute of Light Industry》Vol.6, No.4, 1987

SUBJECTWORDS Chain; Transport chain; Non-constant pitch; Constant pitch; Correction of tooth profile by "envelope-path" method

ABSTRACT A new approach to overcome and eliminate the polygon effect in chain drives is discussed in this paper. Tooth shape of chain drive in parallel motion is determined by the envelope theory. Sprocket and chain turn together on the last point of their line of action to realize chain transmission with constant pitch or with non-constant pitch. The article puts forward a new method, "envelope-path" method, to correct the tooth shape mentioned. During the chain transmission the former joint moves along circular arc, the latter has a parallel motion in order to eliminate fully the polygon effect of chain drives. Finally the article introduces several circumstances which affect the design of chain drives.

Author: Du Kangning

87037

MEASURING MICRO-ARSENIC in RIVER PRODUCTS by GOLD ELECTRODE ANODE STRIPPING VOLTAMMETRY 《Journal of the Wuxi Institute of Light Industry》Vol.6, No.4, 1987

SUBJECTWORDS Micro-Arsenic; Gold electrode; Anode stripping

voltammetry; River products

ABSTRACT This paper discusses how to use the Gold Electrode Anode Stripping Voltammetry for measuring Micro-Arsenic in the food, and offers the method for separating the disturbing ions by reducing and distilling and collecting arsenic(III) in standstill solution. It has been proved that the reproducibility of the data obtained by the Gold Electrode is in the range of measurement from 25 to 400 ppb. A satisfactory result has been achieved by using the method for analysing the Micro-Arsenic in water, beverage, plant oil, as well as river products.

Author: Yu Hual Li Yongzhen Jiang Xiongtu