

FAAS 法测钙时磷酸根离子的干扰及消除研究

谢友斌^① 王梅

(安徽师范大学化学与材料科学学院 安徽省芜湖市 241000)

摘要 研究了用火焰原子吸收光谱法测钙时 PO_4^{3-} 对钙的测定的干扰情况以及用有关方法消除 PO_4^{3-} 对钙干扰的效果。用 $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ 和 EDTA 单独消除 PO_4^{3-} 的干扰进行了实验研究,同时对有关问题作了讨论。对测定各种样品中的钙时消除 PO_4^{3-} 的干扰有一定的指导意义。

关键词 火焰原子吸收光谱法, 钙, 磷酸根, 干扰。

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2006)03-0581-03

1 前言

用原子吸收光谱法测定钙的实际过程中到目前为止仍存在不少问题,特别是在干扰方面的问题。如分析天然水、海水、废水、血液、血清、肌肉、茶叶等环境生化样品中的钙时,都不可避免的受到磷酸根离子的干扰,直接会对测定结果的准确性产生影响^[1]。对用火焰原子吸收光谱法测定钙时磷酸根离子的干扰及其消除的有关问题进行专门研究的文献也较少^[2]。这方面问题研究对于实际的分析工作具有很大指导意义。为此研究了用火焰原子吸收光谱法测钙时 PO_4^{3-} 对钙的测定的干扰情况以及用有关方法消除 PO_4^{3-} 对钙干扰的效果。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

WFX-110 型原子吸收分光光度计(北京瑞利分析仪器公司),钙空心阴极灯,空气压缩机,乙炔钢瓶。

钙(II)标准溶液:用碳酸钙配制成 $1.0\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 储备液,用时稀释为 $100\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的工作溶液。用 KH_2PO_4 配制含 PO_4^{3-} $1.0\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 储备液。用时也稀释为 $100\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的工作溶液。配制 $5\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $25\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的镧(III)和 EDTA 储备液以及 1% 盐酸溶液(体积百分数)。所用试剂均为分析纯以上,用水为二次去离子水。

2.2 实验方法

仪器工作基本条件:火焰:乙炔-空气;乙炔流量: $0.8\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$;空气流量: $5.5\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$ 。测试时的最佳条件:由实验选择灯电流、狭缝宽度、燃烧器高度分别为 5mA 、 0.2mm 、 8mm 。吸收波长为 422.7nm 。

2.2.1 PO_4^{3-} 对 Ca^{2+} 的干扰实验

向 9 个 50mL 容量瓶中分别加入 2.5mL 钙工作溶液和不同量的 KH_2PO_4 工作溶液 0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0mL,用 1% 盐酸溶液稀释至刻度,稀释后溶液的 Ca^{2+} 浓度均为 $5\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, PO_4^{3-} 浓度分别为 0、1、2、3、4、5、6、7、8 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$,分别测出每种溶液的吸光度见表 1。

2.2.2 La^{3+} 消除 PO_4^{3-} 对 Ca^{2+} 的干扰实验

向 10 个 50mL 容量瓶中分别加入 2.5mL、钙工作溶液和 5mL KH_2PO_4 工作溶液(第 1 只容量

^① 联系人,电话:(0553)4224191(宅);(0553)5771531(办);手机:(0)13966013268;E-mail: youbinxie@163.com

作者简介:谢友斌(1949—),男,安徽省繁昌县人,讲师,研究方向为仪器分析化学。

收稿日期:2006-01-31;接受日期:2006-04-10

效应的机理目前还无法解释。当 La^{3+} 浓度与 PO_4^{3-} 浓度的比值大于 10 后, 又会出现包裹作用, 使得吸光度值下降。这主要是因为过多的 $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ 形成的难熔化合物 LaPO_4 对钙的测定产生包裹作用, 从而使吸收信号下降。因此在实验过程中应控制 La^{3+} 浓度与 PO_4^{3-} 浓度的比值。从实验结果可以看出 La^{3+} 浓度与 PO_4^{3-} 浓度的最佳比值为 1.0—1.5 之间^[5]。

3.2.2 加入络合保护剂消除 PO_4^{3-} 对钙的干扰研究

加入络合保护剂消除 PO_4^{3-} 干扰, 即加入一种络合剂使待测元素不与干扰物质形成难原子化的化合物, 而是与络合剂形成络合化合物。而这种络合化合物并不影响待测元素的原子化效果。测钙时可以用 EDTA 来消除 PO_4^{3-} 的干扰, 主要是因为碱性、中性或不很强的酸性溶液, EDTA 能与 Ca^{2+} 生成络合物, 形成螯环, 使 Ca^{2+} 不与干扰元素接触, 从而避免了生成高温难熔盐晶体, 而 $\text{Ca}(\text{EDTA})^{2-}$ 络合物表面带有两个负电荷, 能排拆 PO_4^{3-} 离子, 使得 PO_4^{3-} 不能与 Ca^{2+} 接触, 从而对钙起到一种保护作用, 抑制 PO_4^{3-} 了对钙测定的干扰^[6]。

从实验结果可以看出, EDTA 浓度与 PO_4^{3-} 浓度比值达到 1500 后(见表 3)对 PO_4^{3-} 干扰的消除有一定的效果。但当 EDTA 的浓度太大, 所配的溶液中就会有 EDTA 晶体析出, 使得溶液的吸光度无法测定。可见单独用 EDTA 并不能完全消除 PO_4^{3-} 的干扰。若与适量释放剂联合运用, 可能会有很好的消除效果。

4 结语

用火焰原子吸收光谱法测定样品中钙时 PO_4^{3-} 的干扰作用十分明显, 即使有很小浓度的 PO_4^{3-} 存在也会对钙的测定产生很大的干扰, 当达到一定量后就会无法测定。对于 PO_4^{3-} 干扰的消除, 通过前面研究和讨论可以看出, 用各种干扰抑制剂单独消除 PO_4^{3-} 干扰的效果都不是很理想。在测定钙时采用 EDTA 和 La^{3+} 联合运用则可有效地消除了 PO_4^{3-} 的干扰。可见联合运用干扰抑制剂来消除 PO_4^{3-} 的干扰将会是将来研究的主要方向。特别是如果能够寻找一种新的廉价、易得的释放剂来代替比较昂贵的镧盐, 那么将会对于火焰原子吸收光谱法分析钙的技术的广泛应用和普及具有很大的推动作用。

参考文献

- [1] 朱明华. 仪器分析[M]. 北京: 高等教育出版社, 2000. 250—252.
- [2] 北京大学化学系, 仪器分析教学组. 仪器分析教程[M]. 北京: 北京大学出版社, 1997. 135—136.
- [3] 武汉大学化学系. 仪器分析[M]. 北京: 高等教育出版社, 2001. 61—62.
- [4] 方惠群, 于俊生, 史坚. 仪器分析[M]. 北京: 科学出版社, 2001. 255—257.
- [5] 李启隆, 曾泳淮, 迟锡增等. 仪器分析[M]. 北京: 北京师范大学出版社, 1990. 87—89.
- [6] 华东理工大学化学系, 四川大学化工学院. 分析化学[M]. 北京: 高等教育出版社, 2003. 287—288.

Study on Interference and Its Elimination of Phosphate Ion during Determining Calcium by FAAS

XIE You-Bin WANG Mei

(Anhui Normal University, Wuhu, Anhui 241000, P. R. China)

Abstract We researched the PO_4^{3-} interference and the elimination of the PO_4^{3-} interference during determining calcium by FAAS. The elimination of the PO_4^{3-} interference with $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ and EDTA was studied separately, meanwhile certain some questions were discussed. This paper has certain guidance in elimination the PO_4^{3-} interference during determining calcium.

Keywords FAAS, Calcium, Phosphate Ion, Interference

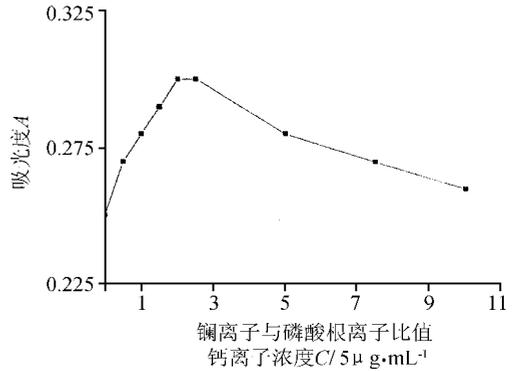


图 1 镧离子消除磷酸根离子干扰的曲线