

原子吸收光谱法和 ICP-AES 测定水中钠的比较

丁冬梅

(天津市环境监测中心 天津市 300191)

摘 要 测定水中钠的含量, ICP-AES 具有直接进样、测量稳定、校准曲线线性范围宽等特点; 而原子吸收光谱法需要加入消电离剂硝酸铯或氯化铯, 实际操作麻烦。该方法经过 t 检验证明与标准方法无显著性差异, 加标回收率为 96.9%—104%, 可以代替原子吸收光谱法, 相对标准偏差各为 0.7%、0.8%。

关键词 原子吸收光谱法, 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 水, 钠, 比较。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)02-0119-03

1 前言

目前, 测定环境里的水和废水中的钠含量有离子色谱法、原子吸收光谱法(AAS)和电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES), 这两种方法在实际工作中都在使用, 各有各的特点^[1]。但是, 原子吸收光谱法测定钠时, 钠在高温火焰中易发生电离干扰现象, 需要在前处理加入消电离剂硝酸铯或氯化铯, 这样会给实际操作带来麻烦; 离子色谱法虽然可以直接进样, 可是只能测定清洁水, 以避免污染色谱柱, 这样对于离子色谱法来说, 样品来源受到很大的限制^[2]; 而采用 ICP-AES, 不但可以直接进样分析, 而且测定范围很宽, 给实际工作带来了方便。

2 试验部分

2.1 主要仪器和试剂

Z-2000 型原子吸收分光光度计(日本日立公司);

JY2000-2 型电感耦合等离子体发射光谱仪(法国 JY 公司);

Na 标准溶液: 1000mg · L⁻¹(国家标准物质研究中心);

硝酸铯, 10.0g/L: 取 1.0g 硝酸铯(CsNO₃)溶于 100mL 水中;

高纯硝酸;

高纯氩气 99.999%;

试验用水均为去离子水;

钠空心阴极灯(日本日立公司)。

2.2 仪器工作条件

2.2.1 原子吸收光谱工作条件

测定时采用空气-乙炔火焰法, 校准曲线选择为线性, 信号记录方式: 峰面积。其他设置见表 1。

表 1 Z-2000 型 AAS 工作条件

元素名称	灯电流 (mA)	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	乙炔流量 (L · min ⁻¹)
钠	10.0	589	0.4	2.2

联系人, 电话: (022) 23051647; E-mail: caiwb2003@yahoo.com.cn

作者简介: 丁冬梅(1971—), 女, 天津市人, 工程师, 本科, 从事环境监测、仪器分析和方法研究工作。

收稿日期: 2006-10-13; 接受日期: 2006-11-10

2 2 2 电感耦合等离子体发射光谱工作条件

见表 2。

表 2 JY 2000 2 型 ICP-AES 工作条件

元素名称	功率 (W)	波长 (nm)	等离子体火焰 氩气流量(L · min ⁻¹)	护套气氩气 流量(L · min ⁻¹)	计算方式
钠	1000	588 995	14	0 2	最大值法

2 3 原子吸收光谱法

用 2% 的硝酸溶液将钠的标准溶液稀释成 50 00mg · L⁻¹ 的中间液。用刻度吸管分别移取钠的中间液 1、2、3、4mL 于 100mL 容量瓶中, 并加入 6mL 硝酸铯溶液, 配制成校准曲线, 浓度为: 0, 0 50, 1 00, 1 50, 2 00mg · L⁻¹。

2 4 电感耦合等离子体-原子发射光谱法

用刻度吸管分别移取钠的中间液 1、2、3、4mL 于 100mL 容量瓶中, 配制成低浓度校准曲线为: 0, 0 50, 1 00, 1 50, 2 00mg · L⁻¹; 用刻度吸管分别移取钠的标准液 5、10、15mL 于 50mL 容量瓶中, 配制成高浓度校准曲线为: 0, 100 00, 200 00, 300 00mg · L⁻¹。

3 结果与讨论

3 1 两种方法校准曲线的线性范围比较

3 1 1 原子吸收光谱法

钠的测定范围为 0 01—2 00mg · L⁻¹, 对于高于此量程的样品可采取稀释的办法, 或采用次灵敏线测量^[3, 4]。

3 1 2 电感耦合等离子体-原子发射光谱法

钠的测量范围都很宽, 在低浓度时 0 00—2 00mg · L⁻¹时, 相关系数达到 0 9999, 当最大浓度为 0 00—300mg · L⁻¹时, 校准曲线仍呈线性, 相关系数达到 0 9990 以上。

显然, 较宽的线性范围是 ICP-AES 的优点, 对于高含量的样品, 不用稀释较大的倍数即可测定, 避免了因稀释带来的误差。

3 2 两种方法的准确度和精密度的比较

按照 3 1 的步骤绘制校准曲线, 用两种方法分别连续测定钠的质控样 12 次, 所得数值见表 3。

表 3 两种方法测定质控样含量 (mg · L⁻¹)

测量值				平均值	质控样标准值	相对标准偏差 (%)
AAS	0 506	0 507	0 518	0 508	0 501 ± 0 028	0 7
	0 507	0 506	0 509			
	0 509	0 506	0 509			
	0 505	0 505	0 506			
	0 500	0 504	0 506			
	0 501	0 501	0 504			
ICP-AES	0 499	0 503	0 508	0 503		0 8
	0 494	0 505	0 509			

由此表可见, 对于测定水中低含量钠的测定结果相当, 两种方法全都符合质量控制要求。

3 3 两种方法的回收率的比较

在 6 份水样中分别加入标准溶液 0 50mg · L⁻¹, 用原子吸收光谱法和 ICP-AES 分别进行回收

实验, 结果见表 4。

表 4 两种方法回收率测定结果 (n= 6)

测定方法	本底浓度 (mg · L ⁻¹)	加标量 (mg · L ⁻¹)	测得值 (mg · L ⁻¹)	回收率 (%)
原子吸收光谱法	1. 00	0. 50	0. 969—1. 04	96. 9—104
ICP-AES	1. 00	0. 50	0. 972—1. 03	97. 2—103

由表 4 可见, 两种测定方法均可得到较好的准确度。

3. 4 测定实际样品的比较

采集 6 个实际的水样, 分别用两种方法测定, 其中原子吸收光谱法采用稀释法, 结果见表 5。
对两种方法才测定结果进行 *t* 检验, *t* = 0. 5653, *t*_{0. 05(5)} = 2. 571, *t* < *t*_{0. 05(5)}, 可见两种方法的测定结果之间没有显著性差异。

表 5 实际样品的测定 (mg · L⁻¹)

样品编号	原子吸收光谱法	ICP-AES
工业废水 1	85. 9	86. 5
工业废水 2	97. 8	98. 2
工业废水 3	152	147
地表水 1	136	132
地表水 2	119	123
地表水 3	208	207

4 结论

原子吸收光谱法和 ICP-AES 测定水中的钠, 其准确度与精密度均能满足实验要求。原子吸收光谱法每次只能测定一种元素, 且还需要在标准溶液和样品中加入消电离剂^[5], 操作繁琐; 而 ICP-AES 可以直接进样测定水中的钠, 且在需要时可以同时测定多种元素, 尤其样品成分不明, 含量较高且样品量较大, 同时要求测定多种元素, 具有操作简便、高效的特点。由此可见, ICP-AES 可以替代原子吸收光谱法测定水中的钠。

参考文献

[1] 国家环境保护总局 水和废水监测分析方法[M] (第四版). 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 409—412
[2] 牟世芬, 刘克纳 离子色谱方法及应用[M] 北京: 化学工业出版社, 2000. 6
[3] 李盛亮, 夏令伟, 袁俊华 原子吸收光谱法[M] 上海: 上海科学技术出版社, 1989. 141
[4] 中华人民共和国国家标准 水质钾和钠的测定火焰原子吸收分光光度法[S] GB11904-1989 北京: 中国标准出版社, 1989
[5] 孙汉文 原子吸收光谱分析技术[M] 北京: 中国可信技术出版社, 1992. 82

Comparative Study of Two Methods in the Determination of Sodium in Water by AAS and ICP-AES

DING DongMei

(Tianjin Environmental Monitoring Center, Tianjin 300191, P. R. China)

Abstract Comparing two methods to determine the content of sodium in water by AAS and ICP-AES, ICP-AES has the advantage of direct feeding, stable determining and wide range of working curve. The atomic absorption spectrophotometry needs the addition of de-ionization such as cesium nitrite or cesium chloride, so it is not convenient in practice. The *t*-test shows there is no notable difference between these two methods. The ICP-AES method may replace atomic absorption spectrophotometry method. The recovery is in the range of 96. 9%—104% with the RSD of 0. 7% and 0. 8%, respectively.

Key words AAS, ICP-AES, Water, Sodium, Comparison