

火焰原子吸收法快速测定蝎子中铜铁锌

刘立行, 张春光

(辽宁石油化工大学 石化学院, 辽宁 抚顺 113001)

[摘要] 用浓硝酸作消解溶剂, 以非完全消化法处理蝎子样品, 建立了非完全消化-火焰原子吸收光谱法测定蝎子中铜、铁、锌的新方法. 结果表明, 试液的物理性质与其空白溶液的一致, 不存在背景吸收干扰. 对样品处理条件、特征浓度进行了考察. 相对标准偏差小于 3.2%, 测定结果与灰化法一致, 相对误差小于 $\pm 2.9\%$. 在火焰原子吸收光谱法中, 以非完全消化法取代灰化法处理蝎子样品是可行的.

[关键词] 火焰原子吸收法, 非完全消化法, 蝎子, 铜, 铁, 锌

[中图分类号] O 657.31, **[文献标识码]** B, **[文章编号]** 1672-1292(2005)02-0078-02

Rapid Determination of Copper, Iron and Zinc in Scorpion by Flame Atomic Absorption Spectrometry

LU Lihang ZHANG Chunguang

(School of Petrochemical Technology, Liaoning University of Petroleum & Chemical Technology, Liaoning Fushun 113001, China)

Abstract Concentrated nitric acid being used as digestive dissolvent and scorpion samples being treated with non-complete digestion method, a non-complete digestion-FAAS method has been developed for determination of copper, iron and zinc in scorpion. The results indicate that the physical properties of tested solution is identical with its blank solution and there is no background absorption interference. The treatment conditions of sample and the characteristic concentration have been studied. RSD (Relative Standard Deviation) is less than 3.2%. The tested results are consistent with those obtained by incinerating method. The relative errors are less than $\pm 2.9\%$. In FAAS (Flame Atomic Absorption Spectrometry) method, it is possible to replace incinerating method with non-complete digestion method for the sample pretreatment of scorpion.

Key words FAAS method, noncomplete digestion method, scorpion, copper, iron, zinc

近代医学证明, 微量元素与药理相关. 了解药物中微量元素含量有助于研究药物的药理. 蝎子主治惊风抽搐、头风疼痛、风湿痛等症. 文献 [1] 在 560℃ 用灰化法处理蝎子样品, 灰化法耗时长, 不能满足快速分析的要求. 非完全消化法只要求消解液均匀透明, 不要求除去全部有机物质, 耗时约 15 min, 是一种快速的样品预处理技术, 在火焰原子吸收光谱法中已有应用^[2~4]. 用非完全消化-火焰原子吸收光谱法测定蝎子中的微量金属元素还未见报道.

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

(1) 仪器: HG-9002 型原子吸收分光光度计

(沈阳华光精密仪器研究所).

(2) 试剂: 铜、铁及锌标准储备溶液: 0.500 g/L, 使用时分别稀释为 10.00 mg/L、20.00 mg/L 及 5.00 mg/L; 浓硝酸. 以上试剂均为分析纯. TritonX-100 溶液: 100 g/L. 实验用水为去离子水.

1.2 样品处理—非完全消化法

将蝎子样品洗净, 在 75~80℃ 烘干, 磨细, 准确称取 0.2 g 左右于小烧杯中, 加入浓硝酸 3 mL, 置于电热丝刚发红的电炉上加热 (用调压变压器控制), 反应开始后降低电压消解直到溶液透明, 并蒸发至近干, 耗时约 15 min. 加水少许及 TritonX-100 溶液 7 mL, 加热近沸, 冷却, 转入 25 mL 容量瓶中, 定容, 样品消解液为草绿色透明溶液.

收稿日期: 2004-12-22

作者简介: 刘立行 (1938-), 教授, 主要从事仪器分析及分析方法的教学与研究. E-mail: liulihang@126.com

1.3 仪器工作条件

固定空气流量 460 L/h 单色器通带 0.2 nm, 选用元素的最灵敏线为分析线 (nm): Cu 324.8 Fe 248.3、Zn 213.9 经优化后确定的铜、铁、锌工作条件依次为: 燃烧器高度 43.4 mm, 灯电流 5 mA, 乙炔流量 70 60 50 L/h

1.4 实验方法

1.4.1 测定铁、铜

试液: 吸取蝎子样品消解液 5.00 mL 于 10 mL 容量瓶中, 以水定容; 工作曲线标准溶液: 取铁 20 40 60 80 100 μg 铜 10 20 30 40 50 μg 于 5 个 25 mL 容量瓶中, 加入 TritonX-100 溶液 3.5 mL, 以水定容; 参比溶液为工作曲线标准溶液的空白溶液.

1.4.2 测定锌

试液: 吸取蝎子消解液 2.00 mL 于 10 mL 容量瓶中, 以水定容; 工作曲线标准溶液: 取锌 5 10 15 20 25 μg 于 5 个 25 mL 容量瓶中, 加 TritonX-100 溶液 1.4 mL, 以水定容; 参比溶液为工作曲线标准溶液的空白溶液.

以对应参比溶液调零, 测定积分 5 s 的吸光度, 用计算机回归计算含量.

2 结果与讨论

2.1 样品处理条件考察

取 0.2 g 蝎子样品 2 份, 分别用浓硝酸及高氯酸-硝酸 (1+ 3) 各 3 mL 消解. 用浓硝酸消解到近干, 用混合酸消解到冒浓白烟. 加水约 10 mL, 有大量白色絮状油脂, 加 TritonX-100 溶液 7 mL, 加热近沸, 冷却后油脂消失, 消解液为黄绿色或草绿色透明溶液. 浓硝酸及混合酸的消解效果相近, 选用浓硝酸作消解溶剂.

2.2 背景吸收干扰及硝酸残留物影响考察

使用氘灯进行背景扣除和不使用氘灯所测试液的吸光度一致, 说明不存在背景吸收. 由于用浓硝酸处理样品, 考察了硝酸残留物对被测元素吸光度的影响, 结果表明无影响.

2.3 试液与空白溶液物理性质一致性考察

溶液的粘度、表面张力及比重等物理性质的变化会影响吸样速率、雾化效率. 通常以与试液组成相近的空白溶液作参比溶液, 来补偿物理性质变化的影响. 在本方法中, 试液中含有可溶性的消解产物, 需要判断试液与其空白溶液的物理性质是否相同. 判断 2 个溶液的物理性质是否相同的方法为: 向 2 个溶液中加入等量的、样品中不含有的一种元

素, 例如 Ni^{2+} , 若 2 个溶液的物理性质相同, 则所加入元素的吸光度必定相等. 按实验方法配制测定铁、铜的试液及对应的空白溶液, 加入 Ni^{2+} 50 μg 定容 10 mL 以水为参比所测 Ni^{2+} 232.0 nm 波长的吸光度为: 试液 0.145 空白溶液 0.146, 试液及其空白溶液中 Ni^{2+} 吸光度一致, 说明试液的物理性质与对应空白溶液的一致, 可以以对应的空白溶液作参比溶液.

2.4 特征浓度

特征浓度是指引起 1% 吸收, 即 0.004 4 吸光度所对应的溶液浓度, 以 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1} / 0.004 4 A. s$ 表示, 测定值为: 铜 0.11 铁 0.20 锌 0.01

2.5 样品分析

样品分析按实验方法进行, 测定结果见表 1, 相对标准偏差小于 3.2%. 以灰化法作为比较方法. 准确称取样品 0.2 g 左右 8 份于瓷坩埚中, 置电炉上炭化, 冷却, 滴加浓硫酸 5 滴润湿炭渣, 低温蒸干, 于高温炉内 550℃ 灰化完全约需 5 h 用硝酸溶液 (1+ 1) 3 mL 加热溶解灰分, 转入 25 mL 容量瓶中, 定容. 与灰化法相比较, 本方法测定结果的相对误差小于 ±2.9%.

表 1 测定结果

| 元素 | 方法 | 测定值 $I(\mu\text{g/g})$ | | | | | | 平均值 $I(\mu\text{g/g})$ | RSD /% | 相对 误差 /% |
|----|-----|---------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|---------------------------|-----------|-------------|
| 铜 | 灰化法 | 233 | 235 | 237 | 245 | 239 | 231 | 237 | 2.0 | |
| | 本法 | 219 | 229 | 231 | 229 | 239 | 239 | 231 | 3.2 | - 2.5 |
| 铁 | 灰化法 | 438 | 423 | 437 | 438 | 452 | 466 | 442 | 2.9 | |
| | 本法 | 454 | 438 | 450 | 454 | 434 | 454 | 447 | 2.0 | + 1.1 |
| 锌 | 灰化法 | 381 | 380 | 383 | 382 | 380 | 376 | 380 | 0.6 | |
| | 本法 | 374 | 365 | 367 | 368 | 370 | 368 | 369 | 0.8 | - 2.9 |

[参考文献]

[1] 王丽娟, 左壮, 张浩, 等. 四种蜥蜴类药材的微量元素测定 [J]. 微量元素与健康研究, 1992, 9(4): 30- 31.
[2] 刘立行, 李萍, 李玉泽, 等. 非完全消化-火焰原子吸收光谱法测定人发中的钙和镁 [J]. 光谱学与光谱分析, 2001, 21(4): 560- 562
[3] 刘立行, 刘国民. 非完全消化-火焰原子光谱法测定奶粉中钙镁铁锌 [J]. 理化检验-化学分册, 2003, 39(10): 597- 598, 601.
[4] 刘立行, 于萌. 非完全消化-火焰原子吸收光谱法测定明胶中钙镁 [J]. 冶金分析, 2004, 24(5): 50- 52

[责任编辑: 严海琳]