

Atomic Absorption

作者:

Nick Spivey

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT

火焰原子吸收 光谱法快速自动 进样测试饮用水

前言

水质是一个持续的问题,继续在全球范围内出现。随着世界各地来识别饮用水的质量法规的关注继续扩大,能够测量和监测饮用水中的杂质就变得至关重要。在简单的区域、扩大性

和系统成本成为了主要问题,所以使用分析火焰原子吸收来测定应用水中无极杂质的一个非常可靠的工具。

在任何时候市政的和瓶装水必须符合监管标准。处理水的设施,与监管,监管机构和消费者都有极大的兴趣确保不发生超限的情况。时刻保持合理的规程会导致需要采集大量样本并要求连续分析时间很短。良好准确性,精度和效率是一个实验室能够成功地处理这些样品的关键。并且确保没有过度重复处理或额外的样品处理。

各地区和监管机构感关注的元素可能有很大的差异,这个应用将监测在各种饮用水样品一些高水平元素,包括市政和瓶装水。表1列出了需要测量的元素以及其的监管限制。

表1: 饮用水中选择的元素

元素	限值mg/L
铜(Cu)	1.3
铁(Fe)	0.3
镁(Mg)	50
锌(Zn)	5
钠(Na)	200
钙(Ca)	200

实验部分

900T火焰原子吸收光谱仪。仪器配备了由标准雾室和10cm全钨燃烧头构成的高灵敏度雾化器。只需用2% HNO₃溶液/超纯水配制一个标准储备液,然后PerkinElmer FAST Flame 2在线自动稀释做出标准曲线。同时每个元素的最高标准点浓度应超过最高的法规限值以确保有个较宽的测定范围。水样经硝酸酸化后直接进样测试,不需要进一步的样品处理

FAST Flame 2是由快速自动进样器、蠕动泵和切换阀组成,它可以快速进样并进行快速冲洗,在很短的时间内能够确保信号稳定且没有记忆效应。FAST Flame 2当样品通过真空充满样品环后,由切换阀进行切换进样,而进样针快速移动到下一个样品进行注入动作,这样既节省了自吸或蠕动泵的等待时间,而且也节省了自动进样针移动和冲洗的时间,使样品与下一样品之间的进样时间缩短了15秒。

使用FAST Flame 2的机械泵进样时,可进行雾化效率及火焰条件的优化,进而消除了样品粘性、固体溶解性和管道长度等因素带来的变化,而且提供了样品流动的长期稳定性。分析者建立一个储备标准液,然后FAST Flame 2在线稀释功能自动生成所有要求的线性校准标准点。此外,该仪器可设置识别超出质控范围的样品,然后利用在线稀释功能自动重新运行超出校准曲线范围外的样品,并且把信号值通过稀释因子来进行校正,提供一个在质控范围内的准确测量值。

水样本加标水平要远低于监测标准方法所研制的准确性在低于监管的水平。

表2 仪器分析条件

参数	Cu	Fe	Mg	Zn	Na	Ca
波长 (nm)	324.75	248.33	285.21	213.86	589.00	422.6
狭缝 (nm)	0.7	0.2	0.7	0.7	0.2	0.7
空气流量 (L/min)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
乙炔流量 (L/min)	10	10	10	10	10	10
读数时间 (sec)	3	3	3	3	3	3
重复次数	3	3	3	3	3	3
样品提升速度 (mL/min)	6	6	6	6	6	6
中间标液 (mg/L)	1	2	1	2	20	2
自动稀释校准曲线点 (mg/L)	[0.05] [0.1] [0.25] [0.5] [1]	[0.1] [0.2] [0.5] [1] [2]	[0.05] [0.1] [0.25] [0.5] [1]	[0.1] [0.2] [0.5] [1] [2]	[0.5] [1.0] [2.0] [5.0]	[1.0] [2.0] [5.0] [10.0]
校准曲线类型	非线性过原点	非线性过原点	非线性过原点	非线性过原点	非线性过原点	非线性过原点

结果和讨论

利用FAST Flame2 在线稀释功能建立校准曲线, 该曲线结果见表3。校准曲线良好的相关性表明可采用FAST Flame 2在线稀释功能对样品和标准进行自动稀释。自主标定的回收率确保了线性的有效性以及通过在线稀释系统建立的标准点的准确性。

表4 - 9日显示为水样的分析结果。测量镁、钠和钙的样品浓度超出校准曲线范围。FAST Flame2火焰在线稀释功能, 重复测试这些样品, 然后其吸光度在校准曲线范围内, 从而测试出准确的结果。瓶装水中矿物钙的含量应该是高于10 mg / L为理想的状况。在所有情况下, 水样元素的测试符合规定。除了测得钙值, 对样品进行加标回收率偏差不能大于10%, 并且远低于此规定值。

FAST Flame2的联用使原本配制多个标准点减少到只需配制一个储备标准溶液即可, 这样可以减少建立多个标准点时的人为误差。FAST Flame2也可对超出范围的加标作出响应, 并且在无需分析者的干预下准确和连续地自动稀释样品, 不仅节省了时间, 同时也消除额外样品的制备和重新处理。

在分析大量样品或者分析很长一段时间时, 人们总是担心分析系统的偏移而导致QC检查失败。在最坏的情况下, 需要将分析样品重新处理并重新分析, 在最好的情况下, 仪器可能仪器需要重新校准并分析样品。为了避免这个问题, PinAAcle AA 900T光谱仪和FAST Flame2自动进样器的配置从而提供仪器良好的长期稳定性, 如图1所示。瓶装水B加标0.600 mg / L的镁, 每分钟采集一次数据的四个小时稳定性。可以看到, 除了最初的设定时间, 整个运行过程平均保持±1%的偏差, 在整个持续时间与实际样品在±3%的偏差。此外, 没有迹象表明, 仪器上升或下降趋势, 表明该仪器可以继续成功地分析样本, 通过QC检查远远超出四个小时没有任何分析者的操作。

结果表明, PinAAcle 900 原子吸收光谱仪和FAST Flame2 的联用技术提高了分析的准确性、快速性和生产率。

表3 校准结果

元素	相关系数	ICV 浓度 (mg/L)	实测 ICV (mg/L)	ICV (回收率%)
铜(Cu)	0.99994	0.500	0.494	98.8
铁 (Fe)	0.99989	1.00	0.979	97.9
镁 (Mg)	0.99999	0.500	0.508	102
锌 (Zn)	0.99999	1.00	1.03	103
钠 (Na)	0.99997	5.00	5.05	101
钙 (Ca)	0.99954	5.00	5.34	107

表4. 饮用水中镁.

样品	实测浓度(mg/L)	在线稀释倍数	样品加标 (加标0.250 mg/L)	加标回收率%
Municipal Water A	0.062	1	0.311	99.6
Municipal Water B	1.09	5	1.34	99.6
Bottled Water A	0.010	1	0.262	101
Bottled Water B	0.232	1	0.487	102
Bottled Water C	1.15	4	1.40	101
Bottled "Mineral" Water A	0.354	2	0.611	103
Bottled "Mineral" Water B	6.52	10	6.75	93.2

表5. 饮用水中铁.

样品	实测浓度(mg/L)	在线稀释因子	样品加标 (加标量0.500 mg/L)	加标回收率%
Municipal Water A	0.136	1	0.654	104
Municipal Water B	0.008	1	0.538	106
Bottled Water A	0.018	1	0.522	101
Bottled Water B	0.000	1	0.509	102
Bottled Water C	0.037	1	0.510	94.6
Bottled "Mineral" Water A	0.057	1	0.547	98.0
Bottled "Mineral" Water B	0.048	1	0.524	95.2

表6. 饮用水中铜

样品	实测浓度(mg/L)	在线稀释因子	样品加标 (加标量0.500 mg/L)	加标回收率%
Municipal Water A	0.100	1	0.600	100
Municipal Water B	0.187	1	0.683	99.2
Bottled Water A	0.004	1	0.499	99.0
Bottled Water B	0.006	1	0.476	94.0
Bottled Water C	ND	1	0.494	102
Bottled "Mineral" Water A	0.002	1	0.463	92.2
Bottled "Mineral" Water B	0.000	1	0.463	92.6

表7. 饮用水中

样品	实测浓度(mg/L)	在线稀释因子	样品加标 (加标量0.500 mg/L)	加标回收率%
Municipal Water A	0.080	1	0.589	102
Municipal Water B	0.002	1	0.500	99.6
Bottled Water A	ND	1	0.492	99.0
Bottled Water B	ND	1	0.500	101
Bottled Water C	ND	1	0.502	101
Bottled "Mineral" Water A	0.003	1	0.520	103
Bottled "Mineral" Water B	ND	1	0.498	100

表8. 饮用水中钠

样品	实测浓度(mg/L)	在线稀释因子	样品加标 (加标量10.0 mg/L)	加标回收率%
Municipal Water A	9.55	10	19.0	94.6
Municipal Water B	20.3	15	30.0	97.1
Bottled Water A	2.84	10	12.3	94.1
Bottled Water B	0.996	15	10.9	98.8
Bottled Water C	15.6	10	25.2	96.2
Bottled "Mineral" Water A	9.81	10	19.3	94.9
Bottled "Mineral" Water B	37.4	25	47.1	97.7

表9. 饮用水中钙

样品	实测浓度(mg/L)	在线稀释因子	样品加标 (加标量10.0 mg/L)	加标回收率%
Municipal Water A	7.18	5	17.2	100
Municipal Water B	17.9	10	27.8	99.3
Bottled Water A	2.08	5	12.5	105
Bottled Water B	0.027	5	10.0	100
Bottled Water C	5.24	5	15.2	99.1
Bottled "Mineral" Water A	146	40	*	*
Bottled "Mineral" Water B	10.9	10	21.2	103

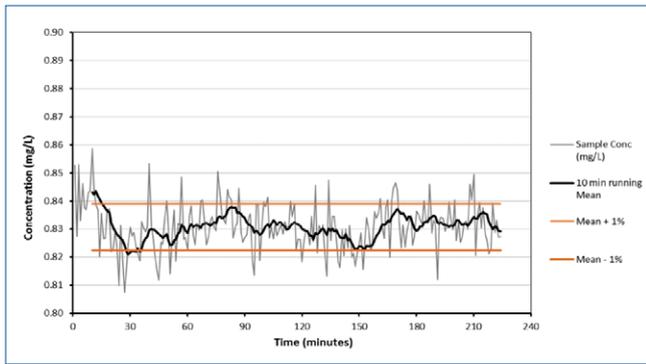


图1 四小时Mg 0.600mg/L稳定性

结论

以上实验表面PinAAcle AA90T光谱仪可靠地、有效地分析饮用水样品镁、铁、铜、锌、钠和钙宽范围的浓度使用FAST Flame 2附件最大限度的减少了用户在稀释和建立标准时的人为误差，并提高了样品检测量。如果实验室需要低成本的检测能力，可不选配FAST Flame 2附件。

Consumables

Component	Part Number
Red/Red PVC Pump Tubing	N8145158
Black/Black PVC Pump Tubing	N8145153 (unflared) N8145202 (flared)
Autosampler Tubes	B0193233 (15 mL) B0193234 (50 mL)
Ca Hollow Cathode Lamp	N3050114
Cu Hollow Cathode Lamp	N3050121
Fe Hollow Cathode Lamp	N3050126
Mg Hollow Cathode Lamp	N3050144
Na Hollow Cathode Lamp	N3050148
Zn Hollow Cathode Lamp	N3050191
Pure-Grade Ca Standard (1000 mg/L)	N9303763 (125 mL) N9300108 (500 mL)
Pure-Grade Cu Standard (1000 mg/L)	N9300183 (125 mL) N9300114 (500 mL)
Pure-Grade Fe Standard (1000 mg/L)	N9303771 (125 mL) N9300126 (500 mL)
Pure-Grade Mg Standard (1000 mg/L)	N9300179 (125 mL) N9300131 (500 mL)
Pure-Grade Na Standard (1000 mg/L)	N9303785 (125 mL) N9300152 (500 mL)
Pure-Grade Zn Standard (1000 mg/L)	N9300178 (125 mL) N9300168 (500 mL)

珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司
地址：上海 张江高科技园区 张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2014, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自所有者或所有者的财产。