

# 海水中痕量铜的双 Sep-Pak 柱 FIA 在线预富集和 FAAS 检测<sup>①</sup>

袁东星 王小如 杨芄原 黄晓波 黄本立

(化学系)

**摘要:** 采用配有双 Sep-Pak 柱的流动注射分析仪在线预富集海水样品中痕量铜的 8-羟基喹啉络合物。经甲醇洗提后,由火焰原子吸收光谱仪检测。对 100 ml 海水样品的富集倍率可达 2 个数量级,富集检测速率为 10 次/h。多次富集测定的重现性在 2.0~5.7% 范围内。测定了铜含量在 3~7 ng/ml 浓度范围内的海水样品。

**关键词** Sep-Pak 柱,流动注射预富集,火焰原子吸收,铜,海水

本工作采用双 Sep-Pak 柱的流动注射分析仪(FIA)在线预富集海水样品中痕量铜的 8-羟基喹啉络合物及火焰原子吸收(FAAS)检测的技术;克服了经典离线技术富集分离<sup>[1,2]</sup>时速度慢、重现性差、易沾污等缺点;具有快速、简单、重现性好、富集倍率高等优点。由于采用了在线富集及 FAAS 检测,甲醇的环境污染很小。

## 1 实验方法和条件

**海水试样的处理** 海水试样取自厦门大学海滨沿岸的不同地方。当日检测,以防止吸附及化学反应的损失。由于本工作仅是分析方法的研讨而不是海洋化学数据的收集,故试样采用双层普通定性滤纸过滤而没有采用滤膜过滤。加适量的 8-羟基喹啉于 0.01 mol/l NH<sub>4</sub>OAc~0.01 mol/l NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 缓冲液中,使之成为饱和溶液。在过滤后的海水试样中,加入 0.3% 体积的 8-羟基喹啉饱和溶液,摇荡均匀,静置 2 min 以上。

**实验方法** 往系列容量瓶中加入不同量的 Cu 标准溶液。然后用海水—8-羟基喹啉溶液稀释至刻度。条件实验采用离线方法,使用数个 Sep-Pak 小柱(美国 Waters 公司),将各待测试液分别富集后再一起送往洗提检测。富集时,海水过柱流速为 10 ml/min;洗提时,甲醇过柱流速为 4 ml/min。试样分析则采用在线富集-检测方法。

**检测器工作参数** 检测器 AAS(SpectrAA-20,澳大利亚 Varicen 公司)的 Cu 空心阴极灯电流为 4 mA,分析波长为 324.7 nm,空气流速为 4 l/min,乙炔流速为 1.5 l/min。检测信号以峰形式出现,数据处理成吸收值和以时间为秒计的半峰宽之乘积( $A \cdot t(W_{1/2})$ )形式。

## 2 结果与讨论

① 1991-01-24 收到

### 2.1 8-羟基喹啉用量试验

加 Cu 标液于海水试样中,使外加 Cu 为 5 ng/ml. 往每份体积为 100 ml 的 10 份含标准 Cu 的试样中加入不同体积的 8-羟基喹啉溶液. 分别富集洗提检测. 实验表明试样的 8-羟基喹啉用量应在 0.2% 以上,因 8-羟基喹啉过多会影响柱效,故不宜超过 1%,以 0.3%(体积)为佳.

### 2.2 柱容量试验

每个柱上富集不同体积的不含与含 5 ng/ml 外加标准 Cu 和 0.3%8-羟基喹啉的海水试样,富集检测所得的数据列于 Tab. 1. 在实验范围内,所测信号随富集体积的增大呈线性增大,表明每次每支柱子可富集至少 250 ml 海水试样.

Tab. 1 The analytical results with different volume of seawater preconcentrated on a Sep-Pak

Seawater volume, ml	50	100	150	200	250
* A · t(W <sub>1/2</sub> ), no Cu added	0.55	0.90	1.46	1.79	2.13
* A · t(W <sub>1/2</sub> ), with 5 ng/ml Cu added	0.88	1.73	2.17	2.87	3.70

\* A · t(W 1/2)=absorbance × signal band width (sec) at half peak height

### 2.3 柱重现性试验

5 份均含 5 ng/ml 外加标准 Cu 和 0.3%8-羟基喹啉的海水试样被用于实验,每份体积为 100 ml. 本组信号的 R. S. D. 为 2.0%. 另取 10 份均含 2 ng/ml 外加标准 Cu 和 0.3%8-羟基喹啉的海水试液,每份体积仍为 100 ml,进行富集检测,本组信号的 R. S. D. 为 5.7%. 实验表明柱柱间的重现性良好.

### 2.4 柱寿命

仅仅根据试验观察,每支柱子在至少富集-洗提 20 次后,仍可维持较理想的信号峰形和信号强度.

### 2.5 空白试验

分别将 250 ml 二次去离子水和 250 ml 亚沸水经过与海水试样处理时同样的过滤、加 8-羟基喹啉、富集、洗提检测步骤,检测结果表明二次水中含 Cu 量比亚沸水高. 污染可能来自容器、试剂和柱子本身. 将从亚沸水中测得的 Cu 做为空白值,按体积折算后,用作海水试样分析中的空白扣除.

### 2.6 海水试样分析

海水试样分析采用了在线操作. 双柱富集的 FIA 管道接法见 Fig. 1. 当第一个试样在第一个小柱被富集时,第二个小柱则进行洗提;而当第二个试样富集于第二个小柱时,第一个小柱进行洗提. 该过程反复交替进行,可将检测速度提高一倍. 样品分析采用了标准加入法,以补偿

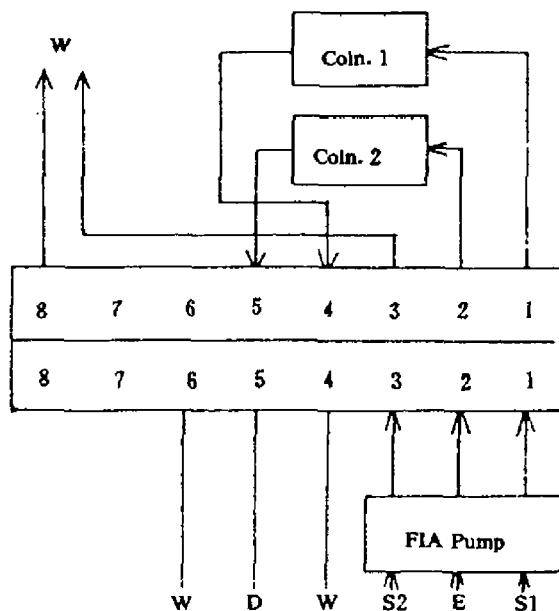


Fig. 1 FIA connection diagram for double column preconcentration

S1=sample 1, S2=sample 2, E=eluent=methanol, D=detector, W=waste, Coln =column=Sep-Pak.

基体对痕量 Cu 测定的影响. 同一系列的海水试样在同一柱中富集洗提, 富集、洗提时间各为 6 min, 试样过柱流速和甲醇过柱流速仍然分别为 10 ml/min 和 4 ml/min, 流速不须校正. 不同站位海水试样的分析结果列于 Tab. 2. 海水样品中 Cu 含量在 3~7 ng/ml 浓度范围内.

Tab. 2 Concentration of Cu in seawater samples analyzed by proposed technique

Sample number	1	2	3	4	5	6
conc. of Cu, ng/ml	6.3	4.3	5.3	4.5	3.0	5.0

把配有双预富集柱的流动注射分析仪与原子吸收光谱仪相联接, 可使海水样品分析的速度、重现性、准确度及灵敏度都得到提高, 同时实现在线分析. 下一步的工作将致力于使该富集系统与 ICP-AES 联机以进行海水中多元素的的同时分析.

本工作中承蒙沈阳肇发研究所赠送 FIA, 澳大利亚 Varian 公司赠送原子吸收光谱仪, 美国 Waters 公司驻上海业务部赠送 Sep-Pak 样品; 本研究得到国家人事部博士后基金及沈阳应用生态研究所资助, 在此一并表示感谢.

## 参 考 文 献

- 1 Watanabe H *Anal. Chem.*, 1981, 53: 738~739
- 2 Ruzicka J and Arndal A *Anal. Chim. Acta*, 1989, 216: 243~255

## Trace Copper Preconcentrated on Double Sep-Pak Cartridges from Seawater with FIA and On-line Determined with FAAS

Yuan Dongxing Wang Xiaoru Yang Pengyuan Huang Xiaobo Huang Benli  
(Dept. of Chem.)

**Abstract** A flow injection preconcentration system was coupled with double Sep-Pak cartridges to extract the complex of copper-8-hydroxyquinoline from the seawater samples. 8-hydroxyquinoline was added previous to the preconcentration. The complex was eluted by methanol and the eluent was delivered by the flow injection system to a flame atomic absorption spectrometer for the on-line detection. The preconcentration factor for 100 ml seawater sample could be over two orders of magnitude. The detection speed was 10 determinations per hour. The reproducibility of the preconcentration-detection was within the range of 2.0 to 5.7%. The seawater samples examined contained copper of 3 to 7 ng/ml.

**Key words** Sep-Pak cartridge, Flow injection preconcentration, Flame atomic absorption spectrometer, Copper, Seawater