

# 微波消解原子荧光法测定水中的硒

郭志明, 李月英, 贺光忠

中国分类号: O657.31

**摘要** : **目的** 探讨微波消解原子荧光法在水中硒的测定方法。方法 对微波消解原子荧光法测定水中的方法,进行了消化处理、工作曲线、精密度、回收率等实验。**结果** 方法的检测限为  $0.1 \mu\text{g/L}$ ,在  $0.0025\text{--}0.05 \mu\text{g/ml}$  范围内,相关系数  $r=0.9999$ ,回收率在  $95\%\text{--}105\%$ 之间,相对标准偏差  $1.05\%$ 。**结论** 微波密闭消解样品,消化过程节约试剂,防止试样中待测元素的损失,干扰少,适用于水中硒的测定。

**关键词**: 微波消解; 原子荧光法; 水; 硒

水中硒的测定方法有二氨基萘荧光法、氢化物原子吸收法、氢化物原子荧光法等,但都需要消化处理,把有机硒和其他价态的硒转化为四价硒。前处理需要高氯酸在电炉上消化,时间长,危险性大,需要的试剂多。本文尝试应用微波消解测定水中的硒,消化时间短,试剂的消耗少,取得了很好的效果。

## 1.材料与方法

### 1.1.原理:

水样在全封闭的 PTFE 消化罐中经微波消解后,将四价以下的有机和无机硒氧化为四价硒,加入盐酸将样品中的六价硒还原为四价硒,在酸性条件下,以硼氰化钾作还原剂,将样品中待测的硒还原成挥发性共价氢化物,借助载气将其带入原子化器中进行原子化。在硒特制空心阴极灯照射下,发射特征波长的荧光,其荧光强度与硒含量成正比,与标准系列比较,定量。

### 1.2.试剂 :

盐酸:优级纯 ( $\rho_{20}=1.19 \text{ g/ml}$ );硝酸:优级纯 ( $\rho_{20}=1.42 \text{ g/ml}$ );  $30\%$ 过氧化氢,优级纯;

铁氰化钾溶液 ( $100 \text{ g/L}$ ):称取铁氰化钾  $10 \text{ g}$ ,用水稀释至  $100 \text{ ml}$ ;硼氢化钾溶液 ( $20 \text{ g/L}$ ):称取  $5 \text{ g}$  硼氢化钾并使其溶于  $250 \text{ ml}$   $5 \text{ g/L}$  的氢氧化钾溶液中;硒标准储备液 ( $0.10 \text{ mg/ml}$ ):由中国标准物质研究中心提供。硒标准使用液 ( $0.05 \text{ ug/ml}$ ):吸取硒标准储备溶液  $5.00 \text{ ml}$  于  $500 \text{ ml}$  容量瓶中,用纯水定容。此液  $1.00 \text{ ml}$  含  $1.00 \mu\text{g}$  硒。吸取此溶液  $5.00 \text{ ml}$  于  $100 \text{ ml}$  容量瓶中,用纯水定容。此液  $1.00 \text{ ml}$  含  $0.05 \mu\text{g}$  硒,临用前现配。

### 1.3.仪器

AFS2201 型双道原子荧光光谱仪,硒特制空心阴极灯(北京海光公司)。MK-1A 型光纤压力自控密闭微波消解仪,附聚四氟乙烯样杯,(上海新科微波溶样测试技术研究所制)。

### 1.4.仪器条件

灯电流:  $80 \text{ mA}$ , 负高压:  $330 \text{ V}$ ;载气流量:  $400 \text{ ml/min}$ , 屏蔽气流量  $800 \text{ ml/min}$ ;延时时间  $0 \text{ s}$ , 读数时间  $10 \text{ s}$ ;原子化器高度  $8 \text{ mm}$

### 1.5.样品消解

取  $10.0 \text{ ml}$  水样于溶样杯内,加硝酸  $2 \text{ ml}$ , 过氧化氢  $0.5 \text{ ml}$ ,置入微波炉内,一档至二档各  $2 \text{ min}$  加压消解,取出后置沸水浴中驱赶硝酸  $20 \text{ min}$ ,加  $6.5 \text{ ml}$  盐酸后,继续在沸水浴加热  $20 \text{ min}$ ,冷却后移入含  $2 \text{ ml}$  铁氰化钾溶液<sup>[1]</sup>的  $25 \text{ ml}$  比色管中,用纯水稀释至刻度,混匀待测定。

### 1.6.标准曲线

分别吸取硒标准应用液  $0.50$ 、 $1.00$ 、 $2.00$ 、 $4.0$ 、 $8.00$ 、 $10.00 \text{ ml}$  于  $25 \text{ ml}$  比色管中,分别加入  $2 \text{ ml}$  铁氰化钾溶液,及  $6 \text{ ml}$  浓盐酸,加纯水至刻度,混匀,上机测定<sup>[2]</sup>。以荧光

强渡为纵坐标，以浓度为横坐标绘制标准曲线，其相关系数 $r=0.9999$ ，直线回归方程为 $Y=36377.96X-5.58$

## 2.结果和讨论

### 2.1 精密度

按照仪器的统计测量功能，对浓度为  $0.016 \mu\text{g/ml}$  标准溶液进行连续 11 次测量，求得荧光值标准偏差为 5.76，相对标准偏差为 1.05%。

### 2.2 检出限

按照仪器的统计测量功能，对浓度为  $0.016 \mu\text{g/ml}$  的实验溶液和空白溶液各测 22 次，求得检测限为  $0.1 \mu\text{g/L}$ 。

### 2.3 准确度

取水样加入一定量的标准溶液，按实验方法测定，其结果如表 1。

编号	本底值 ( $\mu\text{g/ml}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	测出平均值 ( $\mu\text{g/ml}$ )	回收率 (%)
1	0.0024	0.002	0.0043	95.0
2	0.0024	0.002	0.0045	105.0
3	0.0024	0.002	0.0042	90.0
4	0.0024	0.004	0.0061	92.5
5	0.0024	0.004	0.0063	97.5
6	0.0024	0.004	0.0065	102.5

### 2.4 氢氧化物的影响

取水样加入一定量的标准溶液，省去沸水浴 20min 驱除硝酸的步骤，测得结果如表 2。

编号	本底值 ( $\mu\text{g/ml}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	测出平均值 ( $\mu\text{g/ml}$ )	回收率 (%)
1	0.0024	0.002	0.0040	80.0
2	0.0024	0.002	0.0039	75.0
3	0.0024	0.002	0.0042	90.0
4	0.0024	0.002	0.0042	90.5

### 2.5 共存元素的影响及消除

在研究对硒测定的干扰时，选择了汞、砷、铋、锌、铅等离子。在含硒  $8 \text{ ng/ml}$  浓度下，分别加入上述各种离子测定其荧光值，与不加干扰离子的硒标准溶液荧光值比较，荧光强渡改变在 10% 以上即为干扰。实验证明，锌离子在  $80 \mu\text{g/ml}$  不干扰硒的测定，其他离子不同程度地干扰测定：砷，铋在  $1 \mu\text{g/ml}$  时不干扰测定；汞在  $0.5 \mu\text{g/ml}$  时不干扰测定；铅干扰较大，加入 10% 铁氰化钾可消除干扰。

## 3.小结

利用微波密闭消解样品，快速方便，消化过程节省试剂，防止试样中待测元素的损失。

建立的方法简单，灵敏度高，干扰少，测定结果令人满意。

### 参考文献：

- 1: 杨惠芬,李明元等,食品卫生理化检验标准手册, [M] P173~175 中国标准出版社,1997.
- 2: 饮用天然矿泉水检验方法, [S] P73~74 中国标准出版社出版.

作者简介：郭志明（1963---），男，石嘴山市人，主管技师，从事水质及食品理化检验

工作。

作者单位：宁夏石嘴山市卫生防疫站（753000）

Detecting Se in water Using Atomic Amplisensor  
by microwave digestion

Ningxia Shizuisan Municipal Sanitation and Antiepidemic  
Station

753000

Abstract Objective: To explore the method of detecting Se in  
water using atomic Amplisensor by microwave digestion .

Method: Using digesting process, working graph, precision and  
recycling in laboratory.

Results: Detecting limitation:  $1 \mu\text{g/L}$ . Detecting  
range:0.0025---0.05ug/ml,  $r=0.9999$ . Correlation coefficient Recycling  
Rate:95%---105%.

Relative standard deviation:1.05%.

Conclusion: Using microwave to detect samples is very convenient  
and using less reagent during digestion to reduce the loss of detected  
element with sensitivity and precision as well as less interruption.

Key Words: Microwave digestion Atomic amplisensor Water  
Se