

# 乙炔—空气火焰原子吸收光谱法 测定 SN 防水滴剂中的 Ca 和 Mg

陈希玉 陶宇梁

(上海农学院, 201101, 上海)

**摘要** 本文探讨了用乙炔—空气火焰原子吸收光谱法测定 SN 防水滴剂中 Ca 和 Mg 的条件, 比较了各抗干扰剂, 乙炔用量, 燃烧器高度及分析方法等对减少基体干扰的效果。在乙炔/空气=0.156, 添加0.8%硼为抗干扰剂, 并用标准添加分析法进行测试, SN 防水滴剂中 Ca 含量为 $5.5 \times 10^{-5}$ , Mg 含量为 $7.5 \times 10^{-6}$ , 相对误差 $<7\%$ 。回收率分别为99%和103%。

**关键词** 乙炔—空气火焰原子吸收光谱法; SN 防水滴剂

中图分类号 O5

SN 防水滴剂是上海农学院新研制的塑料大棚农用薄膜专用防水滴剂。由于该防水滴剂为高硅、高铝溶胶化合物, 在进行 Mg, Ca 的原子吸收分析中, 遇到了很强的干扰, 甚至测试样品完全无吸光值。虽然消除 Al, Si 干扰, 进行 Mg, Ca 原子吸收分析的资料较多(李极厚等, 1991; 冯冰玉, 1991; 邹斌等, 1992; 翁永和, 1991; 谢良伍等, 1991), 然而在实际测试过程中, 感到各种抗干扰方法效果差异较大, 吸光值的增敏作用各不一样, 且多用笑气—乙炔火焰进行测定。为此, 根据本室现有条件, 采用空气—乙炔火焰的原子吸收法, 并就一些抗干扰方法进行了比较、筛选试验, 以确定 SN 防水滴剂的 Mg, Ca 分析方法。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂溶液

HNO<sub>3</sub>, HCl, HF: (分析纯)

水: 三重蒸馏水

0.8% B 溶液: 称取光谱纯 H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 22.8571 g 溶解, 定容500 mL。

0.4% La 溶液: 称取光谱纯 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1.1728 g, 加 HNO<sub>3</sub> 溶解, 定容250 mL。

0.1 mol/L EDTA 溶液: 称取分析纯 EDTA 14.6125 g 溶解, 定容500 mL。

0.1% K 溶液: 称取光谱纯 KCl 0.9535 g 溶解, 定容500 mL。

0.1% Mg, 0.1% Ca 标准母液: 分别称取光谱纯 Mg 0.5000 g 和光谱纯 CaCO<sub>3</sub> 1.2500 g, 加 HCl 溶解, 分别定容500 mL。

### 1.2 测试条件

测试仪器是日立 Z-8000型原子吸收分光光度计, 使用 Mg, Ca 国产空心阴极灯, 空气

1993-04-10 收稿

—乙炔火焰。除本文中特别注明调整外,试验均按照表1设置仪器工作条件。

表1 仪器测试条件

元素	$\lambda/\text{nm}$	$I_{\text{灯}}/\text{mA}$	狭缝/ $\text{nm}$	乙炔/ $\text{kg}(\text{cm}^2)^{-1}$ : 空气/ $\text{kg}(\text{cm}^2)^{-1}$	燃烧器高度/ $\text{cm}$
Mg	285.2	7.5	1.3	0.2:1.6	7.5
Ca	422.7	7.5	1.3	0.3:1.6	12.5

### 1.3 样品溶液

SN 防水滴剂为水溶性溶胶。取10 mL 防水滴剂溶胶于聚四氟乙烯烧杯中,加9 mL  $\text{HNO}_3$ , 3 mL  $\text{HCl}$ , 5 mL  $\text{HF}$ , 在电热平板 $300^\circ\text{C}$ 条件下,消化蒸发到即干未干时,再加5 mL  $\text{HF}$  消化蒸发到即干未干,定容25 mL,为待测样品溶液。

## 2 结果与讨论

### 2.1 抗干扰剂的增敏作用

抗化学负干扰的效果之一,就是测试样品吸光值的增加,增敏比例的提高。在SN 防水滴剂样品溶液中添加 La, B, B+K, EDTA, 分别测试其吸光值,结果见表2。

表2 抗干扰剂的增敏效果<sup>1)</sup>

抗干扰剂	添加量/%	Mg		Ca	
		总吸光值	实际增敏	总吸光值	实际增敏
0.8% B (样品溶液20%)	6.0	0.0044	0.0039	无	
	12.5	0.0119	0.0108	无	
	25.0	0.0314	0.0293	0.0020	0.0020
	50.0	0.0847	0.0805	0.0090	0.0090
	70.0	0.1011	0.0952	0.0154	0.0153
0.4% La (样品溶液20%)	12.5	0.0694	0.00653	0.0487	0.0480
	25.0	0.0769	0.0683	0.0256	0.0241
	50.0	0.0706	0.0543	0.0301	0.0270
0.8%B+0.1%K (样品溶液10%)	70+5	0.0456	0.0394	0.0086	0.0085
	70+10	0.0570	0.0504	0.0110	0.0109
	70+15	0.0451	0.0382	0.0105	0.0104
	70+20	0.0532	0.0459	0.0116	0.0115
0.1 mol/L EDTA (样品溶液10%)	20			-0.0047	
	40			-0.0052*	(抗干扰剂 吸光值0.0007)
	80			-0.0046	

1) 实际增敏=总吸光值-抗干扰剂吸光值

从表2中的数据可见,首先淘汰了0.1 mol/L EDTA 作为SN 防水滴剂测 Mg、Ca 的抗干扰剂的可能性。0.4% La 添加12.5%就能达到较高的吸光增敏作用。但在实验中发现,在添加后0.5 h 左右,溶液会产生白絮状沉淀,即影响样品的测试结果。故添加0.4% La 的样品测试结果不够稳定。0.8% B 溶液和0.8% B+0.1% K 溶液作为抗干扰剂,确实可提高样品的吸光值。随着添加量的增加,吸光值基本呈递增状态,B+K 抗干扰剂对测 Ca 的增敏效果更显著一些。0.8% B 添加50%,或70%;0.8% B 添加70%+0.1% K 添加10%均能达到测定所需要的增敏要求。

## 2.2 燃料气的增敏作用

本试验采用乙炔—空气火焰进行 Mg、Ca 的测定,空气用量为16000 kg/m<sup>2</sup>,调节乙炔燃料气的用量,对测定 Mg 的吸光值的增敏作用见表3。

表3 乙炔用量的增敏效果(空气16 000 kg/m<sup>2</sup>)<sup>1)</sup>

C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> /10 <sup>4</sup> kg·(m <sup>2</sup> ) <sup>-1</sup>	Mg 吸光值(样品量20%)		标准溶液曲线 相关系数/%
	+0.8% B	+0.4% La	
0.20	0.086 1	0.083 4	99.38
0.25	0.091 9	0.089 7	98.77
0.30	0.095 7	0.094 8	98.13
0.35	0.096 7	0.096 8	97.82
0.40	0.096 3	0.097 8	97.86
0.45	0.093 6	0.096 7	98.35

1) 标准溶液系列为含 Al 0.002%,Si 0.001% 的0.5×10<sup>-4</sup>%,1.5×10<sup>-4</sup>%,2.0×10<sup>-4</sup>% Mg,以0.8% B 为抗干扰剂。表4相同。

从表3中可见,Mg 的吸光值增加,即灵敏度提高后,标准溶液曲线的相关系数就有所下降。把乙炔用量以2 000 kg/m<sup>2</sup>提高到2 500 kg/m<sup>2</sup>,测 Mg 就能获得较高的增敏效果,虽然影响了0.6%的相关性,在干扰严重的情况下,亦不失为一种增敏的方法。当干扰更为严重,需把 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>用量再提高时,要注意调整测试的线性范围。由于常规测 Ca 的乙炔用量就较高:3000 kg/m<sup>2</sup>故调节乙炔用量效果不明显。

## 2.3 燃烧器高度的增敏作用

调节燃烧器高度对 Mg 吸光值的增敏效果见表4。

表4 燃烧器高度的增敏效果

燃烧器高度/cm	Mg 吸光值(样品量10%)		标准溶液曲线 相关系数/%
	+0.8% B+0.1% K	+0.4% La	
12.5	0.0456	0.0531	99.37
10.0	0.0502	0.0573	98.97
7.5	0.0583	0.0683	98.69
5.0	0.0517	0.0556	99.17

从表4结果,可选择7.5 cm 的燃烧器高度作为 Mg 的分析条件。过高或过低都将影响到吸光值的增敏效果。而7.5 cm 的高度对标准曲线的相关系数影响亦不是很大。由于常规测 Ca 要求燃烧器高度达12.5 cm,再降低调整则没效果。

#### 2.4 测试方法选择

本试验进行了一般标准曲线分析方法和标准添加方法的测试结果比较,并进行了回收率试验,结果见表5。抗干扰剂采用0.8% B+0.1% K。

表5 测试方法比较

添加量/% ( $\times 10^{-4}$ )	Mg 回收率/%		添加量/% ( $\times 10^{-4}$ )	Ca 回收率/%	
	标准曲线法	标准添加法		标准曲线法	标准添加法
0.25	76	112	0.5	52	100
0.50	70	100	1.0	53	98
0.75	83	97	2.0	48	99

由表5可见,虽然采用了添加抗干扰剂,调整燃料气用量等手段,但仍不能完全消除干扰作用,故在进行分析测试时,有必要还要运用标准添加法来进行,以进一步校正干扰造成的影响,方能达到较为满意的结果。

经本筛选试验后,SN 防水滴剂测 Ca, Mg, 可以0.8% B 添加70%或0.8% B 添加70%+0.1% K 添加10%作为抗干扰剂,测 Mg 可选择较高的乙炔燃料气用量,且必须用标准添加法进行测试。在以上条件下,测得 SN 防水滴剂含 Mg  $7.5 \times 10^{-4}$ % 含 Ca  $5.5 \times 10^{-3}$ %, 分别测试5次,相对误差 $<7\%$ 。

参 考 文 献

- 冯冰玉. 1991. 空气—乙炔火焰原子吸收光谱法测定竹笋中的钙镁. 光谱学与光谱分析, 11(5): 68~70
- 李极厚, 于仲叔, 韩凯. 1991. 微波炉消煮ICP-AA测定硅铝镁铁钒钛锰铜钴和镍. 光谱学与光谱分析. (11): 60~63
- 邹斌, 梁兢波, 阮永华. 1992. 火焰原子吸收光谱法测定魔芋中Cu Fe Zn Mn Ca Mg Ni Co. 理化检验化学分册, 28(1): 30~32
- 翁永和. 1991. 富氧空气—乙炔火焰原子吸收光谱法测定Ca和Mg的研究. 光谱实验室, 11(8): 33~37
- 谢良伍, 傅源. 1991. 土壤中含微量元素的分析. 土壤通讯, 22(4): 187~190

DETERMINATION OF Ca AND Mg IN SN ANTIFOGGING  
AGENT BY OXY-ETHYLENE FLAME  
ATOMIC-ABSORPTION SPECTROMETRY

Chen Xiyu Tao Yuliang  
(Shanghai Agr. College, 201101, Shanghai)

**Abstract** This study was conducted to assess the effect of various anti-interference agents, ethylene consumption, height of flame-torch and analysis method on the reduction of basic interference during determination of Ca and Mg in SN antifoggig agent by oxy-ethylene flame atomic-absorption spectrometry. With an ethylene/air ratio of 0.156, 0.8% boric acid as anti-interference agent and using standard additive analysis method, it was determined that in the SN anti-fogging agent sample the Ca content was  $55.0 \times 10^{-4}\%$  and Mg content  $7.5 \times 10^{-4}\%$ , with a relative error  $< 7\%$ , and the recovery rate being 99% and 103% respectively.

**Key words** Oxy-ethylene flame atomic-absorption spectrometry; SN antifogging agent