

## 火焰原子吸收法测定硅酸盐材料中的钙和镁

蔡继红 刘振坤 陆梅

(江苏省淮安市环境监测中心站 淮安 223001)

**摘要** 本文采用氢氧化钠熔融硅酸盐样品,通过加入适当的干扰释放剂,用原子吸收法测定了硅酸盐样品中钙、镁的含量,方法具有操作简单快速和较高的精密度和准确度。

**关键词** 火焰原子吸收法 钙 镁

硅酸盐材料分析通常是多种元素的系统分析,钙和镁是硅酸盐材料分析中的常见项目,经典方法是用碱熔融样品,络合滴定法进行测定<sup>1</sup>。但方法繁琐、费时。也有用原子吸收法测定钙和镁的报导<sup>2</sup>,但样品需在聚四氟乙烯坩埚中用氢氟酸-高氯酸分解,或在铂坩埚中用硼酸锂熔融-盐酸溶解样品。而用氢氟酸-高氯酸分解制成的样品溶液不能再用来分析硅的含量;硼酸锂熔融法,由于引入了大量的硼盐,制成的溶液不但不能用氟硅酸钾容量法测定二氧化硅,而且用重量法测硅时需要先除去硼,手续十分繁琐。本文采用在银坩埚中用氢氧化钠熔融样品,用水浸溶制成盐酸溶液,此溶液不但能进行硅等其他元素的系统分析,而且通过加入适当的Ca、Mg释放剂,可用原子吸收法测定钙和镁。方法操作简单、快速,具有较高的精确度和准确度。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器和试剂

仪器:PE—100 原子吸收分光光度仪,仪器工作条件见表1。

马福炉,银坩埚

表1 仪器工作条件

元素	灯电流 (mA)	波长 (nm)	狭缝 (nm)	燃烧器 高度(mm)	乙炔流 量(L/min)	氨气流 量(L/min)
Ca	10	422.7	0.7	15	2.6	9.4
Mg	6	285.2	0.7	15	2.8	10.0

试剂:盐酸,氢氧化钠

氯化镧溶液:称取氧化镧1克,用5%盐酸溶液溶解定容至100mL

钼酸铵、偏钒酸铵溶液:1升水中含40克钼酸铵,2克偏钒酸铵和352mL浓硝酸。

镁标准储备液:称取0.1658克已于600℃灼

烧过1.5h的氧化镁,精确至0.0001克,置于250mL烧杯中,加入50mL水,再缓缓加入20mL盐酸(1+1),低温加热至全部溶解,冷却后移入1000mL容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此标准溶液每毫升含有100微克镁离子。

钙标准储备液:称取0.6243克经180℃烘干2h的碳酸钙于100mL烧杯中,加20mL水润湿,小心滴加(1+1)盐酸至完全溶解,再加10mL盐酸。加热煮沸除去二氧化碳。冷却后移入500mL容量瓶中,用水稀释至标线。此标准溶液每毫升含有500微克钙离子。

钙、镁混合标准使用液:分别吸取钙、镁标准储备液50.00mL和25.00mL,置于500mL容量瓶中,加(1+1)盐酸2mL,用水定容。此标准溶液每毫升含有50微克钙离子和5微克镁离子。

氢氧化钠基体溶液:称取6克氢氧化钠于250mL烧杯中,用水溶解,加80mL盐酸,冷却,移入250mL容量瓶中,用水稀释至标线。

#### 1.2 试样的分析步骤

##### 1.2.1 样品的熔融

称取试样0.3~0.5克,置于银坩埚中,盖上盖子,在600~700℃的马福炉中预烧10分钟,取出。加入固体氢氧化钠7克,盖上坩埚盖(要留有一定缝隙),放入600~700℃的马福炉中保持30分钟(中间可摇动坩埚1~2次),取出放冷。将坩埚放入已盛有100mL热水的烧杯中。盖上表面皿(反应缓慢时可适当加热),待熔块完全被浸出后,立即取出坩埚。用水冲洗干净,随即迅速加入30mL盐酸,并立即搅拌。坩埚再以少量盐酸洗净。将洗液合并于原烧杯中,盖上表面皿加热煮沸,冷却后定容于250mL容量瓶中备用。同时作一空白试验(空白熔融5分钟)。

##### 1.2.2 样品分析

吸取上述溶液1mL于50mL容量瓶中,加入1mL

氯化镧溶液, 5mL 钼酸铵、偏钒酸铵混合溶液, 用去离子水定容。在原子吸收分光光度计 PE-100 上, 按所选仪器条件与工作曲线同时测定吸光度值。

### 1.2.3 工作曲线绘制

于一系列 50mL 容量瓶中, 分别加入 0, 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 5.0mL 的混合标准使用液, 1mL 基体溶液, 1mL 氯化镧溶液, 5mL 钼酸铵、偏钒酸铵混合溶液, 用去离子水定容。以零浓度为参比测其吸光度。分别以钙、镁离子浓度为横坐标, 以吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

## 2 结果与讨论

### 2.1 干扰离子的消除

由于 Ti、Si、Al 对 Ca、Mg 测定的干扰总是使工作曲线向纵轴弯曲的, 因此用标准加入法测定的结果总是偏低的, 而且在一定范围内干扰元素的浓度越大, 结果偏低越多。因此对这类干扰不宜采用标准加入法消除<sup>3</sup>。只有当干扰物只影响曲线的斜率, 而不影响其线性的条件下, 用标准加入法才能得到准确的结果。资料表明镧盐以及钼酸铵和偏钒酸铵的混合溶液都能抑制 Ti、Si、Al 对 Ca、Mg 的影响<sup>4</sup>。笔者在实验中发现这两种释放剂同时使用比单独使用的效果好。因此本文采用镧盐溶液以及钼酸铵和偏钒酸铵的混合溶液作 Ca、Mg 释放剂, 有效地消除了 Ti、Si、Al 对测定的干扰。并用工作曲线法测定取得了令人满意的结果。

### 2.2 加标回收实验

为了检验方法的准确度, 我们作了加标回收实验, 在样品中加入适当的标准进行测定, 获得了满意的结果。测定结果列入表 2。

表 2 回收率测定结果

元素	加入量( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	测得量( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	回收率%
Ca	1.0	0.956	95.6
Mg	0.2	0.194	97

### 2.3 精密度实验

对一样品进行了十次测定, 所得结果进行计算, 得到方法的精密度, 结果列于表 3。

表 3 精密度实验

元素	十次测定均值( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	相对标准偏差(%)
Ca	5.86	1.75
Mg	0.312	2.23

### 2.4 试样分析结果

采用本方法对样品进行测定, 结果列于表 4。

表 4 试样分析结果

样品	Ca( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	%	Mg( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	%
砖坯	1.19	5.84	0.363	2.04
黏土	1.55	6.18	0.441	2.14
煤渣	0.821	4.44	0.243	1.63
粉煤灰	2.29	13.8	0.774	5.61
水泥	9.99	42.8	0.582	2.98
黄砂	0.454	1.02	0.408	2.34

## 3 结论

通过上述实验可见, 本方法简便、快捷。在用一种方法消解的同一瓶溶液中, 可以完成 Fe、Al、Si、Ti 等硅酸盐材料的常规分析项目的分析的同时, 通过稀释溶液, 加入 Ca、Mg 释放剂等措施, 可以用原子吸收法完成 Ca、Mg 的测定。其精密度和准确度可以满足科研、教学和生产中此类样品的分析。

### 参考文献

1. 国家建材局生产管理司 李明豫、丁卫东主编: 地方水泥企业《化验室工作手册》163~182
2. 褚连青等 火焰原子吸收法测定二氧化硅中的钾、钠、钙、镁 现代仪器 1999, (3): 30
3. 李述信主编 《原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法》 北京大学出版社 1987 年第一版 3~12
4. 李述信主编 《原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法》 北京大学出版社 1987 年第一版 202

## Determination of Calcium and Magnesium in sodium silicate samples by FAAS

Cai Jihong Liu Zhenkun Lu Mei

(Huaian Environmental Monitoring Center Huaian Jiangsu 223001)

**Abstract** We used FAAS to determine Calcium and Magnesium in sodium silicate samples by using Na OH to melt sodium silicate samples and adding disturbance release in the samples. The Advantghes of this method are easy and quick to operate and good at precision and accuracy.

**Key words** FAAS sodium silicate Calcium Magnesium