

连续光源火焰原子吸收光谱法测定水悬浮液中的硅

Determination of Si in Aqueous Suspension Sample by Continuum Source Flame Atomic Absorption Spectrometry

1 仪器及工作条件

AAS novAA[®]原子吸收光谱仪,分段流动注射 SFS 和 50 mm 燃烧头刮板; AAS contrAA[®]高分辨率连续光源火焰原子吸收光谱仪。仪器工作条件为:测量波长 251.611 nm,狭缝宽度 0.2 nm,火焰类型为 N₂O/C₂H₂,燃气流量 255 L/h,燃烧头角度 0°,燃烧头高度 5 mm。

2 样品制备

为保证悬浮液样品均匀,应将约 0.5 g 样品盛装容器封好后超声水浴 10 min,然后立即转移至 50 mL 容量瓶中,用 1 g/L KCl 溶液(蒸馏水中)定容至刻度。各样品在测定前要充分摇匀。另外要注意 Si 浓度的降低(1 h 后约减少 14%)。

3 校准曲线的绘制

标准曲线法:手工配制 Si 标准系列为 10、20、30、40、50 mg/L(溶液中含 1g/L KCl 溶液,用蒸馏水定容)。各标准点均测定 4 次,并对吸光度进行平均计算后绘制校准曲线(见图 1),用于定量分析。

标准加入法:手工配制 Si 标准系列为 20、40、60、80 mg/L(溶液中含 1 g/L KCl 溶液,用蒸馏水定容)。各标准点均测定 4 次,并对吸光度进行平均计算后绘制校准曲线(见图 1),用于定量分析。

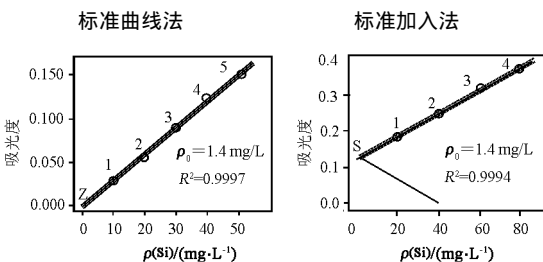


图 1 校准曲线
Fig. 1 Calibration curves

4 样品分析

分别用 novAA[®]和 contrAA[®]原子吸收光谱仪对样品中的 Si 进行 3 次重复测定,计算平均值,考察方法的重现性。表 1 分析结果显示,novAA[®]和 contrAA[®]原子吸收光谱仪的测定结果一致性很好,表明火焰原子吸收光谱法测定水悬浮液中的 Si 是完全可行的。以标准加入法验证样品 B 中 Si 的测定精度,novAA[®]和 contrAA[®]原子吸收光谱仪测定结果一致。

表 1 样品中 Si 的分析结果

样品	$\mu(\text{Si})(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$			
	novAA [®]	标准偏差	contrAA [®]	novAA [®] (标准加入法)
样品 A	2200	28	2118	
样品 B	3697	11	3637	3660 ± 120
样品 C	3029	17	2981	
样品 D	2335	17	2244	
样品 E	3442	59	3429	

用 contrAA[®]高分辨连续光源原子吸收光谱仪对样品 B 中的 Si 进行测定,图 2 结果显示,在波长 251.611 nm 处 Si 的信号无任何干扰,光谱带宽约为 0.1 nm。

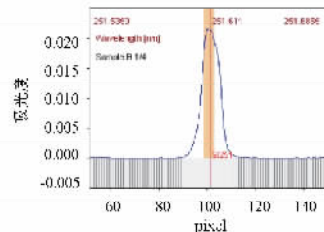


图 2 contrAA[®]光谱仪测定样品 B 中的 Si
Fig. 2 Determination of Si in sample B by contrAA[®] spectrometer

德国耶拿分析仪器股份公司供稿
方法编号:CSAA_FL_02_06_e