

用原子吸收光谱法直接测定海水中的锶

张慧敏

(江苏海水综合利用研究所)

目前, 化学法测定海水中的钙时, 锶往往同时被测定, 因此, 海洋调查中, 钙含量也包含了锶。如果能准确地测定锶, 就可以使钙镁的结果更加准确。因此, 建立一个准确、快速测定海水中锶的方法是很必要的。

通常锶的测定采用火焰光度法, 或直接用石墨炉原子吸收光谱法¹⁾, 然而, 前者需经离子交换树脂分离锶, 操作烦琐, 费时较长; 后者虽是快速法, 但由于仪器设备较贵, 难以普及, 同时测定时因稀释还会引入一定的误差。本文对锶测定中的试样处理及有关影响因素进行了初步研究, 拟定了火焰原子吸收光谱直接测定海水中锶的方法, 并对近岸海水进行了锶的测定。

一、实验部分

(一) 仪器与试剂

1. WFD-Y₂型原子吸收分光光度计。
2. 锶空心阴极灯。
3. 光谱纯SrCl₂·6H₂O。
4. 人工合成海水, 按Kester配方配制。
5. 其它试剂均系分析纯。

(二) 标准溶液的配制

1. 1 mg/ml锶标准贮备液的配制: 准确称取光谱SrCl₂·6H₂O 1.5210g于烧杯中, 加水溶解, 移入500ml容量瓶中, 加5 ml HCl, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀备用。

2. 标准系列的配制: 吸取上述贮备液5 ml于50ml容量瓶中, 用人工合成海水稀释至刻度, 摇匀。此为100 μg/ml锶溶液。

吸取100 μg/ml锶溶液1.5, 2.5, 5.0,

10.0 ml分别置于50ml容量瓶中, 各加一滴浓HCl, 用人工海水稀释至刻度, 摇匀。即为每ml含锶为3.0, 5.0, 10.0, 20.0 μg的标准系列。

(三) 测定锶的工作条件

辐射源: 锶空心阴极灯; 灯电流: 8 mA;
波长: 4607 Å; 负高压: 500 V; 光谱带宽: 2 Å; 响应: 2 档; 空气流量: 7 L/min; 乙炔流量: 1.4 L/min; 火焰高度: 7 mm; 溶液提升量: 6 ml/min。

海水试样用0.2% HCl酸化, 按上述工作条件同时测定样品和标准系列, 由标准曲线法计算结果。

二、结果与讨论

(一) 仪器条件对测定锶的影响

空气流量、乙炔流量以及空气与乙炔的比例, 均严重影响锶的测定。其原因是, 锶在火焰中的部位不同, 其基态原子数的分布也不同, 因此, 吸光度明显不同。为了选取最佳工作条件, 对各种因素进行了实验和选择, 结果列于图1和图2。

由图1可见, 助燃气体(空气)流量在5 L/min时, 随乙炔流量增加锶的吸光度增加, 但过量乙炔燃烧不完全; 当空气流量在7 L/min时, 随乙炔流量的增加锶的吸光度迅速增加。乙炔流量为1.4 L/min时, 锶有较高的灵敏度。因此, 实验选用空气流量为7 L/min。

1) 谭妙柔、马怡载, 1981。《科研成果简介》第三集第4页。中国科学院环境化学研究所资料。

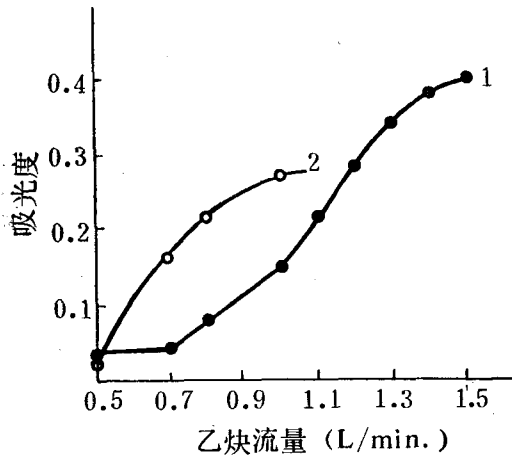


图1 乙炔流量与空气流量的比例对测定锶的影响

1, 2系乙炔流量分别为7 L/min, 5 L/min时, 锶的吸光度随空气流量变化情况。

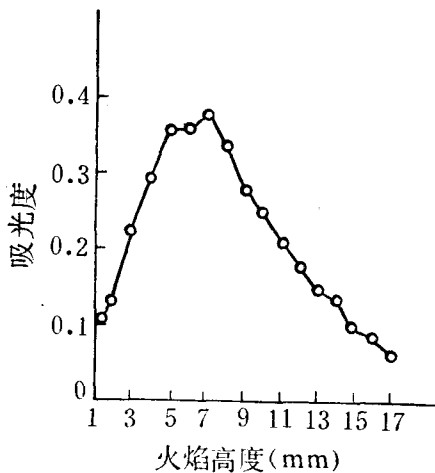


图2 火焰高度对测定锶的影响

图2表明, 锶的基态原子在火焰中的分布有明显不同。当火焰高度在5—7 mm时, 锶的吸光度较高, 因此, 火焰高度选为7 mm。

(二) 海水组成对测定锶的影响

1. 以不同基体所配制的标准系列对测定锶的影响: 其影响标准曲线如图3所示。

由图3可见, 纯水体系中锶的灵敏度比人工合成海水中的高, 如采用此体系测定海水中的锶, 必然会导致误差。试验由曲线1作标准曲线, 从海水中测得锶的含量随着试样稀释倍数的增加而增大。如果试样稀释至8倍时, 锶的含量由原来的2.8 mg/L增大到5.5 mg/L。试

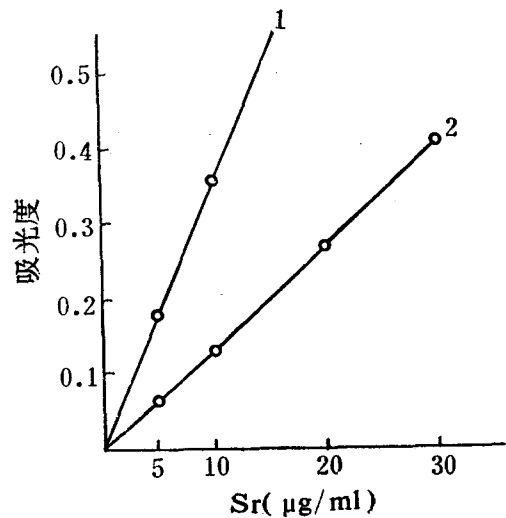


图3 不同基体中锶的标准曲线

1. 蒸馏水为基体; 2. 人工合成海水为基体。

图用加氯化铵、抗坏血酸、氯化镧、柠檬酸及其三铵来消除这种影响, 但均无明显效果。甚至由于加入试剂而使吸光度减低。显然这是海水组成对锶的吸光度的影响。

以曲线2作标准曲线, 用人工合成海水来补偿因基体不同而带来的误差, 测得的结果较为满意。

2. 部分成分的干扰实验: 模拟海水含量和适当稀释后进行单组分及混合组分干扰实验, 结果列于表1。

由表1可见, 海水成分中只NaCl对锶的影响是显著的。30 mg/ml NaCl可使8 µg/ml 锶的吸光度明显降低, 当将其稀释2.5倍后, 这种影响减小; 海水各主要成分的混合体系, 则干扰更为严重, 即使将海水稀释2.5倍, 这种影响也无法消除。

3. NaCl及海水组分影响锶测定的原因: 在以NaCl和海水为主要成分的基体中, 锶的吸光度与乙炔流量、火焰高度变化的关系如图4和图5所示。

由图4和图5可见, 当有NaCl及海水主要组分时, 对测定锶产生影响, 然而这种影响并不随火焰状态和火焰高度而异。因此, 大量的NaCl及海水主要组分对测定锶的干扰, 可

表 1 干扰实验结果

模拟海水含量 ¹⁾				稀释模拟海水2.5倍时量 ²⁾			
干扰成分	加入量 (mg)	浓度 (mg/ml)	E	干扰成分	加入量 (mg)	浓度 (mg/ml)	E
0	0	0	0.16	0	0	0	0.08
NaCl	1500.00	30.00	0.10	NaCl	600.00	12.00	0.07
Na ₂ SO ₄	200.00	4.00	0.155	Na ₂ SO ₄	80.00	1.60	0.08
KCl	34.00	0.68	0.175	KCl	13.60	0.27	0.085
NaHCO ₃	10.00	0.20	0.17	NaHCO ₃	4.00	0.08	0.08
KBr	5.00	0.10	0.17	KBr	2.00	0.04	0.08
H ₃ BO ₃	1.30	0.026	0.16	H ₃ BO ₃	0.52	0.01	0.075
NaF	0.15	0.003	0.165	NaF	0.06	0.001	0.08
MgCl ₂	250.00	5.00	0.16	MgCl ₂	100.00	2.00	0.08
CaCl ₂	55.00	1.10	0.155	CaCl ₂	22.00	0.44	0.08
上述成分之和	上述量之和	41.11	0.08	上述成分之和	上述量之和	16.44	0.055

1) 锶含量均为8 μ g/ml; 2) 锶含量均为4 μ g/ml。

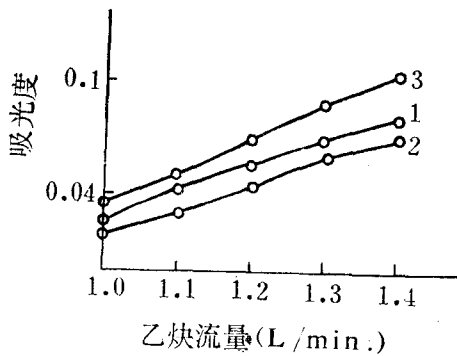


图 4 在不同基体中锶的吸光度与乙炔流量的关系

1系 8 μ g/ml Sr+30mg/ml NaCl; 2系 8 μ g/ml Sr+41.11mg/ml混合杂质(见表1); 3系 8 μ g/ml Sr未加任何杂质。(图5条件同)

以考虑为凝聚相干扰, 而不是气相干扰。如果是气相干扰, 则当改变火焰状态时, 其干扰程度就会不同, 同时, 原子化区域也可能有某些改变, 然而实验表明, 在火焰不同高度, 原子化规律相同。

(三) 试样的酸化处理

试样是否酸化贮存? 其对测定结果影响程度如何? 对此进行了实验。实验采用新配标准并保持2% HCl酸度, 以4:1人工合成海水稀释定容, 海水试样以同样的比例稀释, 测定

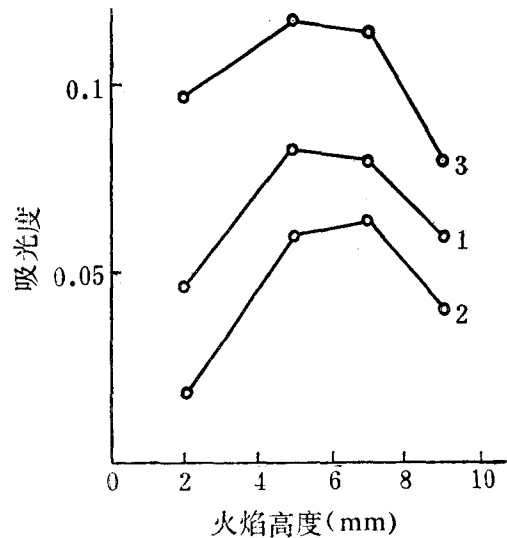


图 5 在不同基体中锶的吸光度与火焰高度的关系

结果列于表 2。

表 2 样品酸化处理测定结果比较

结果 (mg/L)	时间	1982年		
		7月29日	9月20日	9月20日 2% HCl 介质
酸化		7.20	7.20	7.25
未酸化		7.20	6.40	6.60

由表 2 看出, 酸度对测定结果的影响不十分明显, 而未酸化的海水试样, 随着贮存于聚乙烯塑料瓶中时间的增长, 测定结果稍偏低。

(四) 加入锶标准的回收实验

于海水试样中加入标准锶, 回收结果列于表 3。

表 3 加入锶标准后的回收结果

试 样	加入锶量 ($\mu\text{g/ml}$)	测得锶量 ($\mu\text{g/ml}$)	回收率 (%)
1981年12月海水	8.0	8.2	102.5
1982年6月海水	2.0	2.0	100.0
	6.0	6.1	101.6
	20.0	20.2	101.0

三、结 语

(一) 采用人工合成海水作标准基体绘制工作曲线, 可以补偿由于大量NaCl及海水等主要成分对原子吸收分析所产生的凝聚相干扰所引入的误差。按照所拟定的方法测定海水中的锶, 标准偏差为 $\pm 0.2\text{mg/L}$; 加入标准锶, 回收率为100—103%。

(二) 海水试样不经任何烦琐的处理过程, 可直接测定。因此, 本方法具有操作简便、快速的特点, 便于推广应用。

(三) 试样酸化处理后, 放置十个月测定, 未发现锶含量变化, 而未酸化的试样随放置时间的增长, 结果稍有偏低。酸度对测定结果的影响不十分明显。

DIRECT DETERMINATION OF STRONTIUM IN SEAWATER BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY

Zhang Huimin

(Institute of Seawater Comprehensive Utilization, Jiangsu)

Abstract

A method for direct determination of strontium in natural seawater with atomic absorption spectroscopy using air-acetylene flame is described. Since a standard solution prepared with artificial seawater has been used, the effect of competing ions in natural seawater on the absorption of strontium can be eliminated. A rapid and simple analytical method is developed with a relative error less than 0.2mg/L and a recovery in the range of 100-103%.