

原子吸收光谱法测定珊瑚中的锶

梁洞泉 梁自强 李玉柏 张福生

(中国科学院南海海洋研究所)

锶是珊瑚中重要的矿物元素之一,它的含量大致在0.01—1.5%之间。珊瑚中锶含量的高低与珊瑚生长环境的光线、温度和盐度等因素有关,测定此含量,有助于推测古代海洋的环境,此外还有其矿床学和生物学上的意义^[1]。目前测定锶的方法主要有发射光谱法、X-射线光谱法和同位素稀释法,前者分析误差较大,后两者设备费用高,应用不够普遍。有人曾利用原子吸收光谱法测定生物材料、土壤和煤灰中的锶^[2,3],但未见到关于测定珊瑚中锶的方法报道。为建立测定珊瑚中锶的方法,我们研究了用空气-乙炔火焰原子吸收光谱法测定锶的分析条件和干扰情况。参照文献[2,4,5],曾在分析溶液中加入1%的镧作为释放剂,以克服共存元素的干扰,实验证明,大量镧的加入会显著降低工作曲线的斜率和增大试剂空白,影响分析的灵敏度和准确度。为此,本文提出用钙作释放剂,并通过实验证明珊瑚本身含有的钙,对共存元素的干扰影响有很好的抑制作用,可以用来代替常规的镧释放剂。这种基体的自抗干扰作用,简化了分析步骤,减少了试剂空白,降低了分析费用,提高了分析的准确度。本方法的相对标准偏差为1.4%,适合于测定珊瑚中的锶。

实验与结果

(一) 仪器装置与试剂

所用仪器及参数见表1。1:1盐酸溶液按体积比用分析纯试剂配制,钾缓冲液用优级纯氯化钾配成100毫克钾/毫升的浓度;称取1.4247克高纯碳酸锶,用10毫升1:1盐酸溶解后,移到1,000毫升容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度,即为1,000微克/毫升氯化锶的标准液。

(二) 分析条件的选择

测定了主要分析条件包括灯电流、乙炔流量、空气流量、火焰高度和狭缝通带对吸光度及光电倍增管对应负高压的影响,结果见图1至图5,并通过对这些图的分析,选出表1中的分析条件。

本文1981年7月16日收到。

本文承邹仁林、王丽君等审阅,并承甘婉薇清绘图表,特此致谢。

表 1 分析条件

项 目	内 容
仪 器	Varian AA-6 DAB 原子吸收分光光度计
读数方式	ABS, 3 秒积分
钨空心灯电流	10 毫安
分析线	4607 埃
狭缝通带	0.2 毫微米
火 焰	空气-乙炔
乙炔流量	1.75 升/分
空气流量	11.3 升/分
燃 烧 器	2 吋 Varian 笑气-乙炔燃烧器
燃烧器高度	离光轴 3.5 毫米

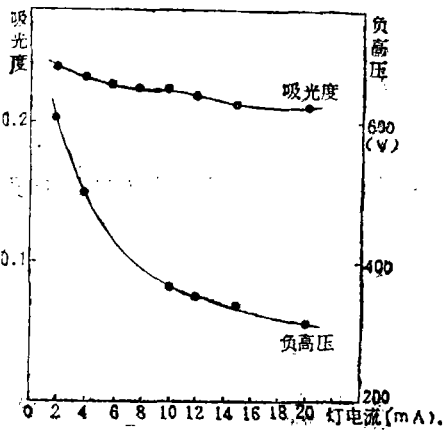


图 1 灯电流对吸光度及负高压的影响

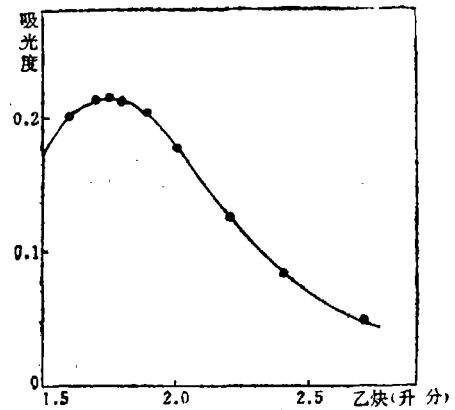


图 2 乙炔流量对吸光度的影响

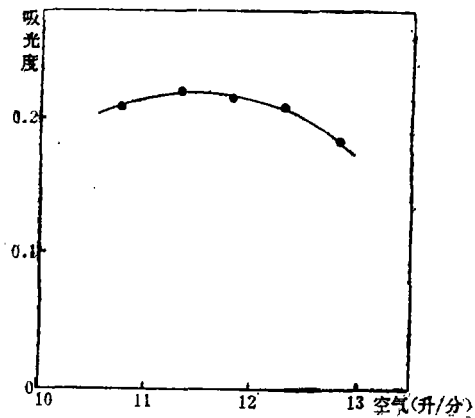


图 3 空气流量对吸光度的影响

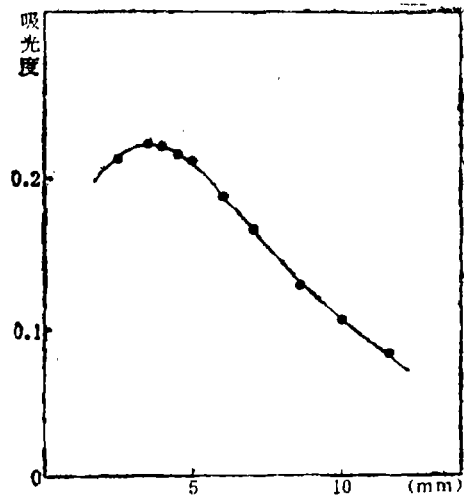


图 4 火焰高度对吸光度的影响

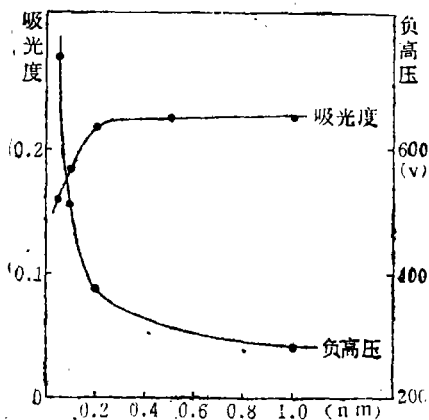


图5 狭缝通带对吸光度及负高压的影响

(三) 干扰试验与基体的自抗干扰作用

1. 盐酸浓度对吸光度的影响

分析溶液中的盐酸浓度对吸光度的影响见图6。结果表明，在试验范围内盐酸浓度对吸光度基本上没有影响。

2. 钙浓度对吸光度的影响

珊瑚一般含有95%以上的碳酸钙。测定了不同浓度的钙对吸光度的影响，其结果见图7。本方法最后的分析溶液中的对应钙浓度约为200ppm，在0—200ppm范围内钙浓度对吸光度的影响不大，即使稍有影响，由于本方法采用标准加入法分析样品，这种影响也已被抵消。

3. 珊瑚中其它成分对测定的影响及基体的自抗干扰作用

不同浓度的铝和硅对锶的测定的影响见表2，结果表明铝和硅对锶的测定有很强的负干扰影响。有人采用镧释放剂以克服这种类型的化学干扰^[4, 9]，但加入镧后干扰仍不能完全消除，抗干扰能力随镧加入量的增加而提高，加入量往往要高达1%。实验表明这样大量的镧的加入会显著降低工作曲线的斜率，以本方法的工作曲线的斜率为1时，加入1%镧后，斜率即下降为0.72，另外一般的镧试剂还会含有较多的锶杂质。鉴于上述情况，本文提出用珊瑚中的钙做释放剂，不同浓度的钙对铝和硅的抗干扰作用见图8和图9。结果表明钙浓度在100至200ppm范围内，干扰基本被消除。其次从表2可看出，当溶液中含有200ppm钙时，不同浓度的铝和硅的干扰也基本上被抑制。

此外从表3可看出，当溶液中含有200ppm钙时，珊瑚中的其他主要共存元素包括镁、铁、钾和钠，在样品可能存在的浓度范围内，也不干扰锶的测定。

表 2 铝和硅对锶测定的干扰及钙的抗干扰作用

SrO	液溶浓度 (ppm)			吸光度
	Ca	Al	Si	
5	0	0	0	0.165
5	0	2	0	0.045
5	0	4	0	0.045
5	0	6	0	0.044
5	200	2	0	0.160
5	200	4	0	0.161
5	200	6	0	0.159
5	0	0	2	0.162
5	0	0	4	0.161
5	0	0	6	0.158
5	0	0	20	0.012
5	200	0	2	0.170
5	200	0	4	0.171
5	200	0	6	0.171
5	200	0	20	0.156

表 3 珊瑚中其他共存元素的干扰影响

SrO	溶液浓度(ppm)					吸光度
	Ca	Mg	Fe	K ₂ O	Na ₂ O	
5	200	0	0	2	0	0.171
5	200	10	2	2	2	0.171

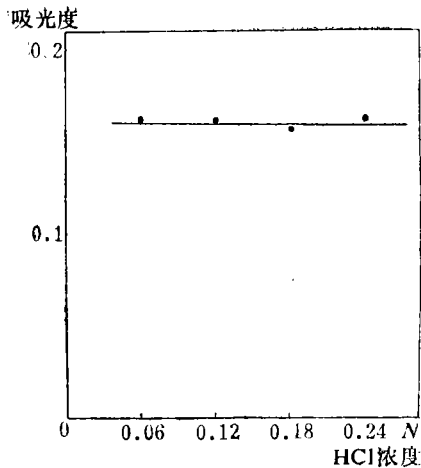


图 6 盐酸浓度对吸光度的影响

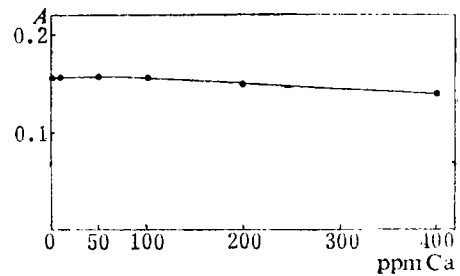


图 7 钙的浓度对吸光度的影响

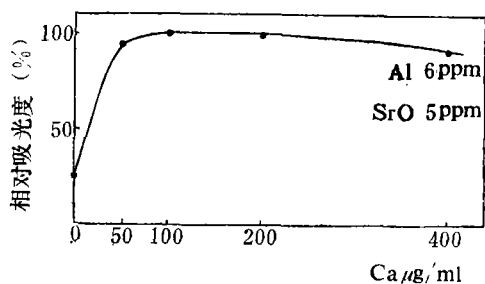


图 8 不同量的钙对铝的抗干扰作用

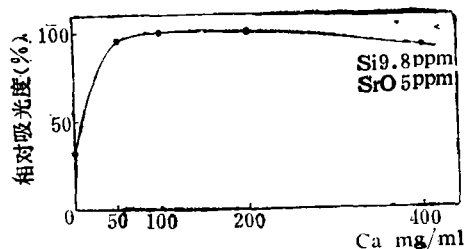


图 9 不同量的钙对硅的抗干扰作用

(四) 样品分析方法

称取一克样品，用水湿润，慢慢加入 40 毫升 1:1 盐酸，于烧杯中加热溶解，冷却后移入 100 毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度。吸取上述溶液 4 份，每份 5 毫升，分别放入 4 个 100 毫升容量瓶中，每个容量瓶加入 2 毫升 100 毫克/毫升的钾缓冲液，然后加入不同量的锶标准液，一般样品以加入 0、1.5、3.0、4.5 ppm 氧化锶标准为宜，用蒸馏水稀释到刻度，用表 1 列出的条件测定，采用标准加入法求样品的锶含量。

(五) 本方法的精密度与准确度

同一样品用上述方法进行 10 次分析的结果见表 4，求出相对标准偏差为 1.4%。

为验证本方法的准确度，选取几组分析溶液用其它分析方法分析，结果见表 5，本方法的测定结果与其它方法的测定结果基本吻合。

表 4 本方法的精密度

样品号码	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值 (%)	相对标准偏差 (%)
SrO 含量 (%)	0.958	0.953	0.958	0.960	0.979	0.971	0.950	0.987	0.986	0.974	0.968	1.4

表 5 不同分析方法对照 (ppm)

方 法	本方法	火焰发射光谱法	笑气 - 乙炔火焰 原子吸收法
样 品			
样品溶液 ①	0.50	0.47	0.43
样品溶液 ②	3.03	3.12	2.90
样品溶液 ③	4.76	4.68	4.81

结 语

本文提出用珊瑚本身含有的钙作测定珊瑚中锶的释放剂，较之常规的镧释放剂有更多的优越性。

本文拟定的分析方法简便、快速、分析费用低、重现性好且准确度高，适合测定珊瑚中的锶，并可推广用于分析其它以钙为主体的样品，如牡蛎壳中的锶。

参 考 文 献

- (1) J·D·米利曼，现代沉积碳酸盐，第一卷，海洋碳酸盐，1970，地质出版社。
- (2) Belcher, C.B. and Brooks, K.A., *Anal.Chim.Acta*, **29**(1963), 202.
- (3) David, D.J., *Analysi*, **87**(1962), 576.
- (4) Varian, Co., Analytical methods for flame spectroscopy, *Handbook of Instrument*, 1972.
- (5) Welz, B., *Atomic absorption spectroscopy*, 1976, 173.
- (6) 地质科学院，原子吸收光谱分析经验交流会议技术资料选编，地质出版社，1975，92—96.