

水悬浮液中硅的测定
Determination of Silicon in Aqueous Suspensions

本方法使用德国耶拿分析仪器股份公司的 AAS novAA® 原子吸收光谱仪,断续流动注射 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;测定水悬浮液中硅,并对两仪器的测定结果进行对比。

1 样品制备

为保证悬浮液样品均匀,将盛装悬浮液的容器封好后置于超声波浴中 10 min,然后立即将约 0.5 g 样品转移至 50 mL 容量瓶中,用 1 g/L KCl (水溶液)定容至刻度线。各样品在测定前要充分摇匀。另外,要留意 Si 浓度的降低(1 h 后约减少 14%)。

2 仪器工作条件

设定原子吸收光谱仪的工作条件:波长 251.6 nm,狭缝0.2 nm,火焰类型 N2O/C2H2,燃气流量 255 L/h,燃烧头角度 0°,燃烧头高度 5 mm。

3 硅的校正

3.1 标准曲线法

手工配制标准溶液,标准系列为 10、20、30、40、50 mg/L Si,1 g/L KCl 水溶液定容。各标准点均测定 4 次,对吸收值进行平均计算后用于定量分析的校准(图 1)。

3.2 标准加入法

手工配制标准溶液,标准系列为 20、40、60、80 mg/L Si,1 g/L KCl 水溶液介质。各标准点均测定 4 次,对吸收值进行平均计算后用于定量分析的校准(图 1)。

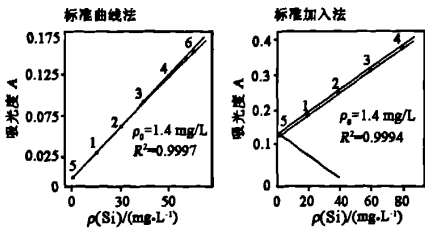


图 1 硅的校准曲线
Fig. 1 Calibration curves of Si

4 样品测定结果

选择 5 个样品,用 AAS novAA® 和 AAS contrAA 两种仪器测定悬浮液中的 Si,结果见表 1。

表 1 样品分析结果
Table 1 Analytical results of Si in samples

Table with 5 columns: Sample ID, novAA® Standard Curve Method, novAA® Standard Deviation, novAA® (Standard Addition), and contrAA. It lists results for samples A through E.

结果显示,火焰原子吸收法测定水悬浮液中的 Si 是可行的。要评价分析的重现性,需绘制标准曲线并对样品进行 3 次重复测定,得出 3 次重复测定的平均浓度值。表 1 中还给出了用 AAS novAA® 标准曲线法 3 次重复测定的标准偏差,以校验标准加入法测定样品 B 的精度。两种校正方法所得结果的一致性很好;并与用高分辨连续光源原子吸收光谱仪 contrAA 的测定结果对比,其一致性良好。图 2 显示了样品 B 在 251.611 nm 处 Si 的信号,光谱带宽约为 0.1 nm。该信号无任何干扰。

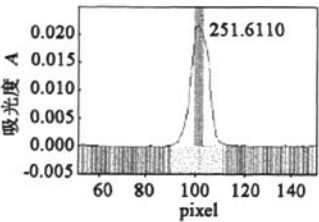


图 2 样品 B 中硅的原子吸收信号
Fig. 2 AAS signal of Si in sample B

德国耶拿分析仪器股份公司供稿
方法编号:CSAA_FL_01_06_e