

直接火焰发射分光光度法连续 测定海水中的锶和锂

易瑞灶 蓝士侯

(国家海洋局第三海洋研究所, 厦门)

提要 采用 P-E 703 原子吸收分光光度计、协同背景校正技术和稀释海水样品, 实现了同一份海水样中锶、锂连续直接火焰发射法测定; 样品无需预处理和加入任何试剂, 方法简便快速, 结果准确; 可用于大洋和近岸海水中锶和锂的直接快速连测, 方法相对标准偏差均优于 2%, 锶和锂的测定回收率分别为 105—110% 和 104—110%。

一、实验部分

(一) 仪器与试剂

1. Perkin-Elmer 703 型原子吸收分光光度计(配 4 吋单缝燃烧器)。

2. XWT-200 型台式记录仪(上海自动化仪表厂)。

3. 微量移液管 10、20、50、100 $\times 10^{-3}$ ml。

4. 锂标准溶液 (1) 锂标准贮备溶液(1.00 mg/ml): 溶解 1.331g 经 110℃ 烘干过的 Li_2CO_3 于尽量少的 HCl (1:1) 中, 用去离子水稀释至 250 ml; (2) 锂标准使用液 (1.00 $\mu\text{g}/\text{ml}$): 用锂标准贮备溶液配制而成。

5. 锶标准溶液 (1.00 mg/ml) 称 0.4212 g 经 130℃ 烘干过的 SrCO_3 , 用少量 HCl 溶解后再用去离子水稀释至 250 ml, 混匀。

6. 人工海水 称下列物质(均为 AR 级)溶于 5 L 去离子水中, 使用时再用去离子水稀释 10 倍 (1 + 9)。 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 69.9g; $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 50.5g; $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 14.8g; NaCl 268 g; NaNO_3 1.77g; KCl 2.0g。

(二) 海水样中锶和锂连续直接测定方法

1. 锶、锂工作曲线标准系列的配制 取 5

个 50 ml 容量瓶, 分别加入 0、0.05、0.10、0.15、0.20 mg 锶和 0、1.0、2.0、3.0、4.0 μg 锂, 用经稀释 5 倍的人工海水稀释至刻度, 混匀。

2. 海水分析样品的准备 取 2 ml 经 0.45 μm 滤膜过滤过的海水样品于 10 ml 容量瓶中, 用去离子水稀释至标线(稀释 5 倍), 混匀。

3. 海水样品的测定 (1) 锶的测定。按表 1 所列条件调好仪器, 并用经稀释 5 倍的海水调节燃烧器火焰的位置(高低前后)至发射强度最大。在 460.8 nm 波长处分别喷入标准系列溶液和经稀释的海水样品, 测量锶的发射强度, 然后在 464.0nm 波长处测量样品的背景发射强度。标准系列测得的发射强度对相应的锶量 (ppm) 绘制工作曲线。以测得的样品发射强度扣除背景发射强度后从工作曲线查得相应的锶含量, 乘以 5 即为海水样中锶的含量 (ppm)。(2) 锂的测定。在 670.8 nm 波长处(参见表 1) 分别测量标准系列和经稀释海水样品中锂的发射强度, 然后在 668.0 nm 波长处测量海水样品的背景发射强度。标准系列测得的发射强度对相应的锂量 (ppb) 绘制工作曲线, 以测得的样品发射强度扣除背景发射强度后从工作曲线查得相应的锂含量, 乘以 5 便得海水样品中锂的含量 (ppb)。

表 1 火焰发射仪器工作条件
Tab. 1 Conditions for Determination

元素	测定波长 (nm)	背景波长 (nm)	狭缝宽度 (mm)	压力计读数		流量计读数	
				压缩空气	乙炔	压缩空气	乙炔
Sr	460.8	464.0	0.1	30	8	55	30
Li*	670.8	668.0					

* 测定时加 650nm 滤光片

二、结果与讨论

1. 盐度对锶和锂测定的影响 按海水样品稀释 5 倍来考虑, 分别在 50 ml 容量瓶中加入不同量的人工海水以改变盐度值 (0—8.5‰), 并分别加入等量的锶和锂, 用去离子水稀释至刻度, 混匀, 然后按样品分析进行测定, 结果示于图 1。由图 1 可见, 盐度在 0—8.5‰ 范围内不影响锂的测定。但对锶的测定有一定的影响, 当溶液中的盐度为零时 (去离子水介质), 锶的发射强度偏低, 这是由于锶在火焰中部分电离所致。

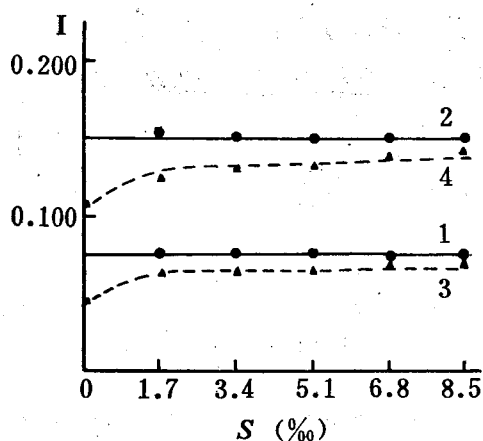


图 1 盐度对锶和锂测定的影响

Fig. 1 Effect of salinity on the determination of Sr and Li 1. 20ppbLi; 2. 40ppbLi; 3. 1ppmSr; 4. 2ppmSr

2. 锶和锂工作曲线线性试验 为考察在人工海水介质中锶和锂的含量与发射强度的线性关系, 分别在经稀释的人工海水中加入不同量的锶标准溶液和锂标准溶液进行试验, 所得工

作曲线示于图 2。由图 2 可见, 锶 1—4 ppm, 锂 20—80 ppb 线性关系良好。

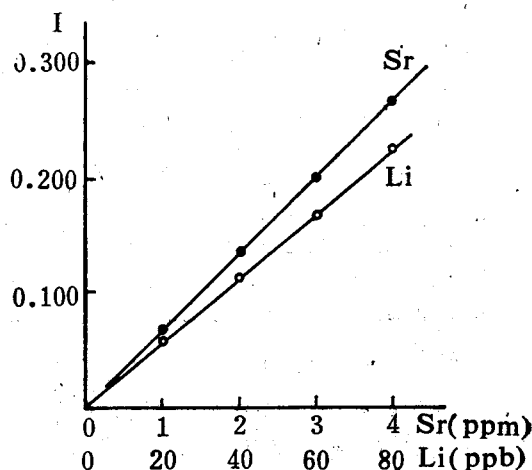


图 2 锶和锂工作曲线

Fig. 2 Calibration curves for determination of Sr and Li

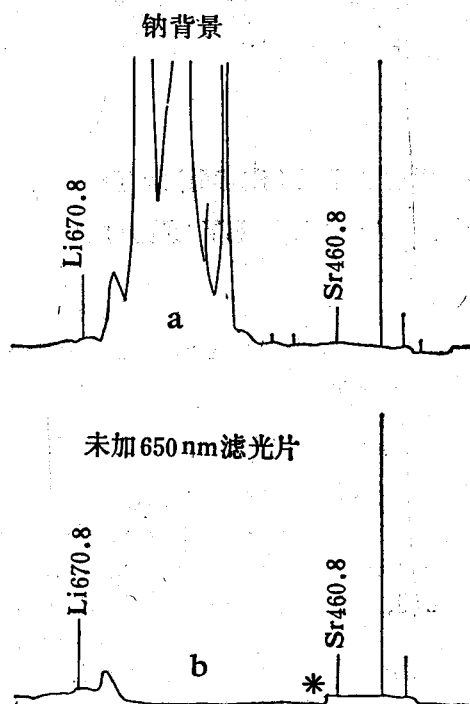


图 3 海水样中锶和锂的发射光谱

a. 未加 650nm 滤光片; b. 锶峰出现后加 650nm 滤光片。

Fig. 3 Profile of the emission spectroscopy of Sr and Li in sea water

a. No Filter 650nm, b. Filter 650 nm used after the occurrence of Sr peak.

表 2 锶、锂连续直接测定方法的精密度和回收率

Tab. 2 Precision Data and Recovery Data

海水样品	元 素	测 值						均值	均方差	相对偏差 (%)	加入量	回收量	回收率 (%)
中国标准海水	Sr(ppm)	8.49	8.49	8.59	8.69	8.69	8.59	8.59	±0.09	1.05	5.00 10.00	5.41 10.51	108 105
	Li(ppb)	186.70	185.40	187.90	195.60	187.90	186.70	188.40	±3.70	1.96	100.00 200.00	104.40 215.60	104 108
厦门近岸海水	Sr(ppm)	7.60	7.60	7.67	7.53	7.60	7.60	7.60	±0.04	0.53	5.00 10.00	5.50 10.70	110 107
	Li(ppb)	175.20	173.90	175.20	173.90	173.90	175.60	174.60	±0.80	0.46	100.00 200.00	110.40 210.20	110 105

3. 海水样中锶和锂的发射光谱 为考察锶和锂的发射光谱,用稀释 5 倍的中国标准海水进行发射光谱快速扫描(400—800 nm),所得扫描图谱示于图 3,从图中可以看出,在稀释过的海水样品中尚存严重的钠背景发射,影响了锂的测定,在锶峰出现后加上 650 nm 滤光片,可滤去大量的钠背景对锂测定的影响。

4. 锶和锂连续直接测定方法的精密度与回

收率 (1) 方法精密度。按本文提出的方法,对中国标准海水和厦门近岸海水分别进行 6 次平行测定以考察本方法的精密度,结果列于表 2。从表 2 可见,锶和锂连续直接测定方法的相对标准偏差均优于 2%。(2) 方法回收率。由表 2 可见,锶、锂连续直接测定方法的回收率分别为 105—110% 和 104—110%。

DIRECT DETERMINATION OF STRONTIUM AND LITHIUM IN SEA WATER BY FLAME EMISSION SPECTROPHOTOMETRY

Yi Ruizao and Lan Shihou

(Third Institute of Oceanography, State Oceanic Administration, Xiamen)

Abstract

A procedure is suggested for direct determination of Sr and Li in sea water by using Perkin-Elmer 703 atomic absorption spectrophotometer with background emission correction. The sample needs neither pretreatment nor addition of any reagents for the technique used. The method, which can be used to determine the Contents of Sr and Li in oceanic and coastal seawaters, has the advantages of simplicity, rapidity and accuracy. Its relative standard deviations of six sequential determination for Sr and Li in sea water are lower than 2% and the recoveries are 104—110%.