

原子吸收法测定钡天青石中微量钾的研究

西安地质学院 李绍卿

钡天青石矿物中主要含钡、锶、硫酸根以及镁、钙、钠和其他少量元素,这些元素中钡、锶、钠等对微量钾的测定有较大的电离干扰。由于钾的电离电位仅4.34电子伏特,在乙炔~空气火焰中电离大约50%,不仅使吸光度下降,而且标准曲线弯曲。为了提高测定灵敏度和消除因钡锶钠等元素的电离引起的干扰,研究了用铯盐为电离缓冲剂,乙二胺四乙酸为保护剂,镧盐为抑制剂,消除其干扰。本文拟定了用氟氢酸和高氯酸分解试样后,直接用原子吸收分光光度法测定钡天青石中的微量钾。

实验部分

一、仪器及工作条件

1. 仪器: WFD-Y型原子吸收分光光度计钾空心阴极灯

2. 经过试验,测钾的工作条件确定如下:

波长: 7664.9 Å; 燃烧器高度: 标尺1; 灯电流9毫安; 燃烧器角度: 零度; 狭

缝: 0.1mm响应: 2; 空气流量: 5升/分; 乙炔流量: 1.0~1.2升/分; 光电倍增管高压: 0.5KV。

二、试剂及标准系列

钾标准溶液: 准确称取在105℃烘干的基准氯化钾1.5830克溶于水中,并稀释至1000毫升。

取上述溶液稀释至50微克/毫升工作溶液。

标准系列: 吸取钾工作溶液为0、1.0、2.0、3.0……10.0ppm于一组已盛有5%铯盐1毫升的25毫升容量瓶中,加入1:1盐酸0.5毫升,0.25%乙二胺四乙酸溶液2.5毫升,5%氯化镧1毫升,水稀释至刻度,摇匀。

三、酸度的影响

1. 在没有EDTA及氯化镧存在下,进行了硝酸、盐酸、高氯酸的加入试验。试验表明,2%的盐酸对少量钾的测定无影响。

2. 当氯化镧及EDTA存在下,加入上

述各酸对钾测定的影响。试验表明, 2%的盐酸对测定微量钾没有影响。

四、氯化钡和EDTA存在量的影响

氯化钡为抑制剂, EDTA为保护剂对测定微量钾的影响试验, 试验是在1%盐酸介质中进行。结果表明5%氯化钡溶液为1~6毫升之间及0.25%EDTA溶液为1~6毫升之间对测定微量钾无影响。

五、干扰元素试验

10ppm 钾工作溶液中, 加入 20 多种干扰元素, 在 1% 盐酸介质中进行试验, 只有钡、锶及钡锶钠共存时干扰较大。其他元素允许量(ppm)为: Fe³⁺(100), Ca²⁺(10), Zn²⁺(4), Co²⁺(10), Mg²⁺(10), V⁵⁺(10), PO₄³⁻(20), SO₄²⁻(80), Cr⁶⁺(10), Al³⁺(80), Mn²⁺(20), Ti⁴⁺(10), Pb²⁺(10), Cu²⁺(20), F⁻(10), Li⁺(10), Rb⁺(50), Cs⁺(50)。

1. 钡的干扰

钡的存在对微量钾的电离受到抑制, 使钾的吸收强度增大, 试验表明, 微量钾的消光值随着钡量的增加而增大。

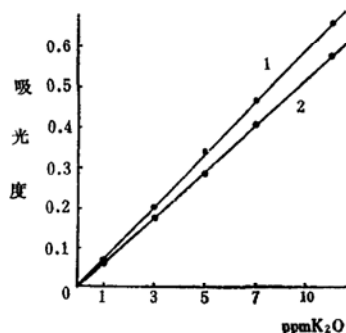
2. 锶的干扰

锶的存在, 使微量钾的消光值增加。当锶的量增至1000ppm时, 钾的消光值与500ppm一样, 两曲线重合, 当锶的量增至2000ppm时, 其钾的消光值趋于一定恒值, 这与溶液中存在2000ppm钠时相似。同时锶对一些元素有抑制作用^[1]。

3. 钡锶钠共存的影响

钾的溶液中, 分别加入1000ppm的钡锶钠三元素, 试验结果见图。曲线1表明, 三元素共存时, 钾的消光值增大, 当加入氯化钡及EDTA后, 可消除三元素共存的干扰, 见图曲线2。

从以上结果可见, 说明钡对测定微量钾有较大的影响。在弱酸溶液中, 加入EDTA保护剂后, 钡形成稳定的稠环络合物。当溶液喷入火焰中经过复杂的反应变化, 在它离



钡锶钠对钾的影响

解之前已变成氧化物分子蒸气, 形成的氧化钡, 其离解能增加。同时试验表明, 氯化钡对钡有一定的抑制作用, 从而使钡的干扰完全消除。

六、分析步骤

称取0.1000~0.2000克钡天青石试样于铂坩锅中, 水润湿样品, 加高氯酸2.5毫升, 氢氟酸10毫升, 于电热板上加热至矿样完全分解, 蒸至近千后, 取下稍冷, 加2.5毫升1:1盐酸加热浸取, 冷后, 用水转入50毫升容量瓶中, 摇匀。

吸取上述清液5~10毫升于25毫升容量瓶中, 加盐酸0.5毫升, 其余手续同标准系列。

按上述方法对部分钡天青石矿物进行分析, 结果见表1。

钡天青石矿物分析结果 表1

矿样编号	测得钾(%)	变化系数(%)	加入钾(ppm)	回收率(%)
762	0.074	10	5.0	110
789	0.066		7.0	108
790	0.090		10.0	100
713	0.105	7	3.0	100
781	0.113		5.0	105
788	0.220		7.0	110

参 考 文 献

1. 寺岛滋, 分析化学(日), 19.1197(1970)

Determination of Micro Amount of Potassium in Celestine by AAS

Li Shao-qing

A Simple method for the determination of micro amount of potassium in celestine by aas was studied. The interference of Ba, Sr and Na ions were eliminated by adding suitable amounts of the restrainer (LaCl_3) and masking agent-EDTA solution.

The sample was decomposed with $\text{HF} + \text{HClO}_4$, the solution containing LaCl_3 and EDTA was adjusted to 1% hydrochloric acid medium, the potassium was determined by aas directly.

www.yskw.ac.cn