

原子吸收火焰发射法测定复方氯化钠中钾的含量

AAS-011

摘要：采用原子吸收火焰发射法测定复方氯化钠滴眼液中钾的含量，该方法具有灵敏度高，重现性好，不需要附加光源的特点。实验结果表明，钾在0~0.4 mg/L范围内具有良好的线性关系，相关系数为0.9998，检测限为0.004 mg/L，加标回收率在95%~99%之间，可以满足药典分析的要求。

关键词：火焰发射 波长移动 钾

火焰发射法是最早的原子光谱分析方法，具有重现性好，不需要附加光源等特点，但对于一般元素需要有百分含量的浓度仪器才有较好的响应且由于受到背景的干扰，传统的仪器无法对背景干扰进行校正，所以该方法一直应用不广。但对于像钠、钾、钙、镁等一些电离电位较低的元素，用火焰发射法具有与原子吸收法相近甚至更高的灵敏度。AA7000波长移动功能较好的克服传统火焰发射法无法扣背景的缺陷对于某些样品的分析有较好的适用性。我国2010版药典规定复方氯化钠滴眼液中钾含量的测定是火焰原子吸收法，本文建立了利用波长移动火焰原子发射法测定其中的钾含量，方法灵敏度高，重现性好，可以满足药典分析的要求。

实验部分

试样吸喷于空气乙炔火焰中原子化，测量钾于766.5 nm波长处的发射强度以及760 nm处背景发射强度来定量钾的含量。

1.1 仪器

AA7000
空气压缩机
乙炔气

1.2 分析条件

分析波长：766.5 nm
移动波长：760 nm
狭缝：0.7 nm
点灯方式：发射
燃气流量：2.0 L/min
助燃气流量：15 L/min
燃烧器高度：7 mm

1.3 样品前处理

取1 mL样品加入100 mL容量瓶中，用纯水定容至刻度，摇匀，再从中取10 mL稀释液于100 mL容量瓶中，加入1 mL 10%的氯化铯，用纯水定容至刻度待测。

结果讨论

2.1 波长移动功能的设定

波长移动功能用来扣除样品中钠、铯等元素发射出来的背景强度，对于本样品由于标液背景发射强度与样品背景发射强度相同，所以以样品在760 nm处的背景发射强度作为空白，这一空白值在软件中保留，接下来测试标液和样品在766.5 nm处的发射强度，测试结果会自动扣除760 nm处的背景发射强度。图1显示的是软件波长移动功能的界面。

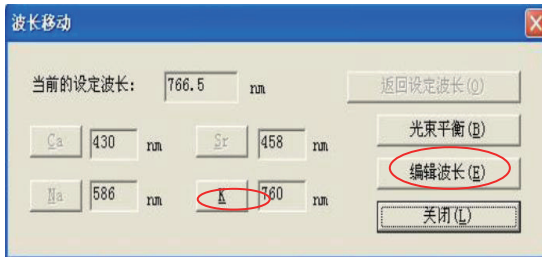


图1 波长移动功能界面

点击图1中的编辑波长按钮弹出图2的波长编辑界面，在这里设定需要扣除背景的移动波长

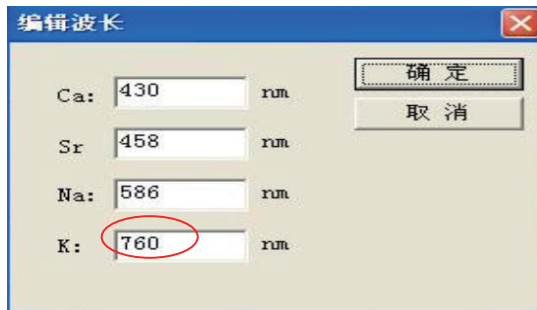


图2 编辑波长界面

当点击图1中的760 nm处“K”按钮时，测量波长设定为760 nm，此时测量背景发射强度，如图3所示。

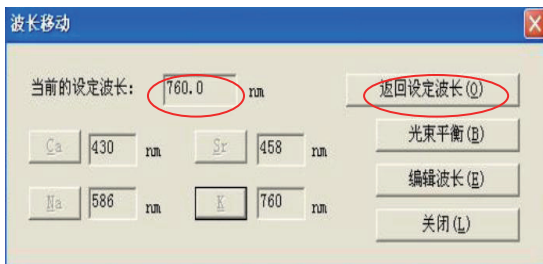


图3 760 nm处背景测量

再点击图3中的“返回设定波长”按钮返回766.5 nm作为测量波长。

2.3 样品测试及实验对比结果

分别用发射法和原子吸收法对复方氯化钠滴眼液样品进行测试实验结果对比如下：

表1 样品测试对比结果(单位: mg/L)

样品	发射法		吸收法	
	结果	RSD%	结果	RSD%
sample	0.0786	0.49	0.0788	2.73

2.4 检测限及加标回收率实验

对空白样品连续测定11次，以3倍SD值除以斜率算得检测限为0.004 mg/L。

取1 ml样品用纯水稀释至100 mL，再分别从中各取10 mL稀释液于两个100 mL容量瓶中，加入1 mL10%氯化锶，再分别加入0.9 mL和1.8 mL10 mg/L的钾标液，用纯水定容至刻度进行加标回收率实验，回收率结果如下：

表2 加标回收率实验(单位: mg/L)

样品	测量值	加标量	加标后测量值	回收率
sample	0.0786	0.09	0.1681	99%
		0.18	0.2495	95%

结论

采用原子吸收火焰发射法测定复方氯化钠滴眼液中钾的含量，该方法具有灵敏度高，重现性好，不需要附加光源的特点，实验结果表明，钾在0~0.4 mg/L范围内具有良好的线性关系，相关系数为0.9998，检测限为0.004 mg/L，加标回收率在95%~99%之间，可以满足药典分析的要求。