

原子吸收标准加入法快速测定聚酰亚胺中的钠含量

AAS-013

摘要：样品加入高氯酸微热消解，采用标准加入法进行测定。结果表明，仪器线性及重复性良好，定量准确，检测限为 0.007 mg/L，回收率为 97.6%，测定速度快，完全满足企业日常定量分析的要求。

关键词：聚酰亚胺 标准加入法 钠

聚酰亚胺：英文名 Polyimide (简称 PI) 是一种琥珀色的液体，可以在高温下进行固化，形成聚酰亚胺 PI 膜。产品有耐高温、抗氧化、抗辐射、耐腐蚀、耐湿热、高强度、高模量等独特的综合性能，被称为“黄金膜”，已广泛应用在航空、航天、微电子、纳米、液晶、分离膜、激光等领域。聚酰亚胺，因其在性能和合成方面的突出特点，不论是作为结构材料还是功能性材料都有巨大的应用前景。聚酰亚胺应用于作为液晶材料，如果纯度不够，含有微量的钠元素时会影响液晶面板的可视角度，从而影响显示质量。目前聚酰亚胺溶液中钠元素的测定没有标准方法，本文通过直接用高氯酸溶解再用标准加入法测定，可以达到快速准确测定的要求。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计
控温电加热板

1.2 分析条件

波长：589.0 nm

点灯方式：NON-BGC

燃气流量：1.8 L/min

燃烧头高度：7 mm

狭缝宽：0.2 nm

灯电流：12 mA

助燃气：15 L/min

燃烧头角度：10°

1.3 试剂

分析纯高氯酸

1000 mg/L 钠标准溶液

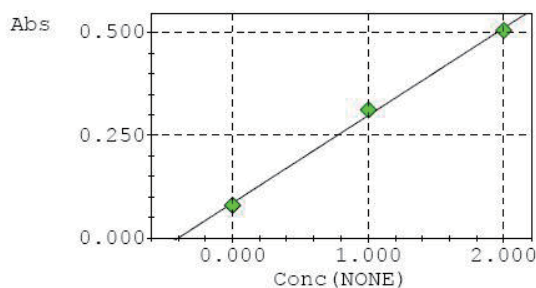
1.4 样品制备

取 10 mL 样品于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL 高氯酸摇匀，再加少量水，在电热板上微热至沉淀物溶解，将消解液转移至 50 mL 容量瓶中用纯水定容至刻度，过滤待测。同时按同样方法做样品空白。

结果与讨论

2.1 标准曲线

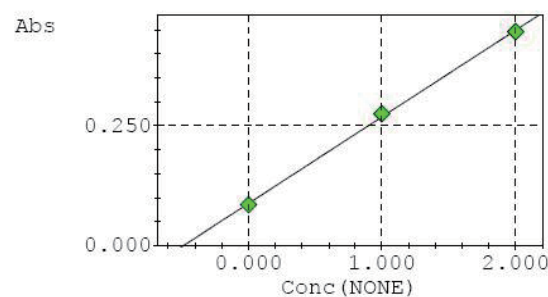
分别取 10 mL 消解液于三个 50 mL 的烧杯中，往第二个烧杯加入 10 μ L 1000 mg/L 的钠标液，往第三个烧杯中加入 20 μ L 1000 mg/L 的钠标液，摇匀。空白样品按同样方法测定。



$$\text{Abs}=0.21280\text{Conc}+0.086133$$

$$r=0.9986$$

图1 空白标准曲线图



$$\text{Abs}=0.18080\text{Conc}+0.088267$$

$$r=0.9996$$

图2 样品标准曲线图

2.3 样品测试结果及精密度

表2 样品测试结果及精密度

样品名	溶液中钠含量 (mg/L)	样品中钠含量 (mg/L)	RSD(%)
空白	0.4048	----	0.62
样品	0.4882	0.4170	1.08

2.4 仪器检测限及回收率

对空白样品进行 11 次测定，3 倍的标准偏差除以斜率即为元素的检出限。检测限及加标回收率结果见表 3

表3 仪器检测限及加标回收率

元素	检测限 (mg/L)	加标前浓度 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后浓度 (mg/L)	回收率 (%)
Na	0.007	0.4882	0.1	0.5857	97.6

2.5 讨论

聚酰亚胺溶液遇水会产生沉淀，所以该前处理方法的关键是取样后先加高氯酸摇匀后再加水，这样才会尽可能减少沉淀物的产生，用电热板低温加热，当沉淀物基本溶解后需立即停止加热，否则加热时间过长又会重新产生沉淀且再无法完全溶解。

结论

采用岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计，对聚酰亚胺溶液中的钠含量进行了分析，结果表明，仪器线性及重复性良好，定量准确，检测限为 0.007 mg/L，回收率为 97.6%，测定速度快，完全满足企业日常定量分析的要求。