

# 空气-乙炔火焰发射法测定玻璃粉末中钡的含量

## AAS-003

**摘要：**采用空气-乙炔火焰发射法测定玻璃粉末中钡的含量，通过调节燃气、助燃气、燃烧头高度和加入适量的干扰抑制剂消除背景干扰，得到较好的测定效果。

**关键词：**火焰发射法 干扰消除 条件优化

氧化钡常用于高级器皿玻仪器、光学玻璃、防辐射玻璃等之中，它能增加玻璃的折射率、密度、光泽和化学稳定性；少量的氧化钡能加速玻璃的熔化，但含量过多时，由于产生 $2\text{BaO} + \text{O}_2 = 2\text{BaO}_2$ 反应，使澄清困难。含氧化钡玻璃吸收辐射线的能力也加大，但对耐火材料侵蚀较严重，所以在生产的过程中需严格控制。在原子吸收光谱中钡的测定多采用氧化亚氮-乙炔火焰法，但该方法需另外配备笑气和高温燃烧头，而且在实际测定的过程中由于乙炔气燃烧不充分容易在燃烧头处产生积炭需定时清理，操作烦琐且不安全。火焰发射光谱法是一种最早的原子光谱分析方法，对于某些激发电位较低的元素，火焰发射光谱法与原子吸收光谱法有着相近的检出能力甚至更为灵敏且线性范围更广。本文提出用空气-乙炔火焰发射法测定钡，既可消除氧化亚氮-乙炔火焰操作缺点又可提高钡测定的灵敏度。

## 实验部分

试样经过酸消解后定容，然后将试样溶液吸喷于空气-乙炔火焰中，测量钡于553.5 nm的波长所发出的辐射强度来定量分析钡元素的含量。

### 1.1 仪器配置

AA6300C  
空气压缩机  
乙炔气

### 1.2 实验条件

波长：553.5 nm  
狭缝：0.2 nm  
点灯方式：发射  
燃气流量：1.6 L/min  
助燃气流量：15 L/min  
燃烧器高度：9 mm

### 1.3 样品前处理

称约0.05 g样品精确至0.0001 g于聚氟乙烯烧杯中，加入1 mL  $\text{HClO}_4$ 润湿，再加入10 mL (40%)HF于电炉上加热至 $\text{HClO}_4$ 白烟冒完，再加10 mL (40%)HF加热至白烟冒完为止。用10 mL 2 mol/L HCl溶解残渣，定量洗入50 mL容量瓶中，以纯水稀释至刻度，同时做空白实验。空白和样品同时稀释100倍，并加入1%氯化锶，待测。

## 结果讨论

### 2.1 条件优化

#### 2.1.1 仪器参数的影响

在钡元素发射谱线波长范围内，空气-乙炔火焰本身有较强的发射使背景增大，而且火焰的温度、类型、原子化器高度对钡的灵敏度和测试结果重现性影响很大，所以应选择合适的仪器参数，为此，在固定钡的发射波长线553.5 nm，狭缝0.2 nm的条件下。

对乙炔流量，空气流量和燃烧器高度这三个参数做三因素五水平的正交设计试验，得以下正交表：

表1 正交设计表

因素水平	燃气	助燃气	燃烧器高度
1	1.6	14	5
2	1.8	14.5	7
3	2	15	9
4	2.2	15.5	11
5	2.4	16	13

按正交设计实验条件对5 mg/L的钡标液连续测定5次得表2实验结果：

表2 实验条件结果

序号	乙炔	空气	高度	E	RSD%
1	1.6	14	5	0.0232	13.88
2	1.6	14.5	7	0.0174	1.45
3	1.6	15	9	0.0177	0.56
4	1.6	15.5	11	0.0124	0.67
5	1.6	16	13	0.0086	1.27
6	1.8	14	7	0.0165	2.95
7	1.8	14.5	9	0.0173	1.13
8	1.8	15	11	0.016	0.71
9	1.8	15.5	13	0.0128	0.55
10	1.8	16	5	0.0102	50.14
11	2	14	9	0.0138	0.61
12	2	14.5	11	0.0147	1.12
13	2	15	13	0.0149	0.73
14	2	15.5	5	0.0047	77.96
15	2	16	7	0.0166	3.39
16	2.2	14	11	0.0146	8.33
17	2.2	14.5	13	0.0136	0.81
18	2.2	15	5	0.003	46.31
19	2.2	15.5	7	0.0113	12.62
20	2.2	16	9	0.015	0.73
21	2.4	14	13	0.0122	51.4
22	2.4	14.5	5	0.013	110.54
23	2.4	15	7	0.0049	48.52
24	2.4	15.5	9	0.0127	1.31
25	2.4	16	11	0.0143	1.44

从实验结果可以看出，当乙炔气流量1.6 L/min，空气流量15 L/min，燃烧器高度9 mm时，钡的测定效果最好。

### 2.1.2 酸度的影响

对5 mg/L不同酸度的钡标液进行测试，以考察酸度对结果的影响程度，得以下结果表：

表3 酸度影响

纯水	0.5% HCl	2% HCl	5% HCl	10% HCl
5.07	4.98	4.55	3.69	2.80

从结果可以看出盐酸浓度对测定结果影响较大，需严格控制使待测液酸度与标液一致。

### 2.2 实验结果

配0, 0.5, 1, 2, 10 mg/L钡标准液做工作曲线得：

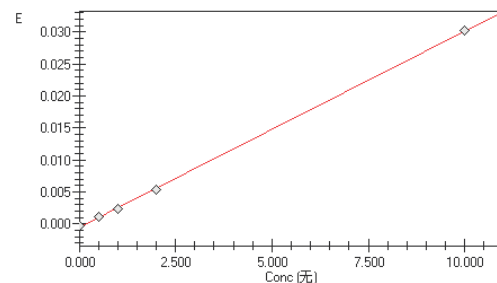


图1 钡工作曲线图

$$E=0.0030667\text{Conc}-0.00052013$$

$$R=0.9999$$

表4 测试结果

Sample ID	Ture value	Conc	E
STD1	0	0.0718	-0.0003
STD2	0.5	0.5283	0.0011
STD3	1	0.9522	0.0024
STD4	2	1.9304	0.0054
STD5	10	10.0173	0.0302
BLK			0.1064
Sample-1		1.0174	0.0026
Sample-2		0.9522	0.0024

用ICP方法对实验结果进行验证得以下样品结果对照表:

表4 测试结果

Sample name	AA	ICP
sample-1	1.0174	0.9884
Sample-2	0.9522	0.9303

由表5可以看出,用本方法测定实际样品时,分析结果的准确度满足要求。

## 结论

对于玻璃粉末中钡的测试,采用空气-乙炔火焰发射法通过寻找仪器最佳检测条件和加入适量的干扰抑制剂消除背景干扰,可获得较满意的效果,分析结果的准确度达到要求,而且该方法测虽然低浓度时发光强度较低,但由于测试结果稳定性较好,所以仍然可以获得良好的线性,具有从零点几到几百mg/L的宽线性范围,与氧化亚氮-火焰法相比,该方法不需要附加光源,操作简单安全。