

文章编号: 0254- 5357(2001) 03- 0234- 03

用原子吸收仪进行钛的紫外分光光度测定

杨重九

(成都地质矿产研究所分析测试中心, 四川 成都 610082)

摘要: 在原子吸收仪上添置了一个自制的简易比色皿托架, 成功地利用原子吸收仪进行 TiO_2 与二安替比林甲烷显色的分光光度测定。

关键词: 紫外分光光度测定; 原子吸收分光光度计; 钛

中图分类号: O614. 411; O657. 32; TH744. 125

文献标识码: B

原子吸收测定和紫外及可见分光光度测定都属于吸收光谱测定, 其吸收测定原理皆基于比尔定律, 但却是两个不同的分析方法。一个为原子吸收分析, 一个为分子吸收分析, 用不同的分析仪器进行测定。这两种仪器的检测信号相同, 检测系统相似, 只是光源和样品室有所不同。作者在日立 180- 80 原子吸收仪上添置了一个自制的简易比色皿托架, 用空心阴极灯作光源, 成功地进行了 TiO_2 与二安替比林甲烷分光光度测定。

1 实验部分

1.1 仪器及主要工作参数

日立 180- 80 原子吸收分光光度计, 空心阴极灯, UV- VIS 8500 分光光度计。

原子吸收仪工作参数: 狭缝 1.3 nm; 测定方式 吸光度; 塞曼方式 样品道测定; 测定计算 积分 5 s。

1.2 主要试剂

TiO_2 标准溶液: 准确称取一定量的优级纯 TiO_2 , 按常规方法配成 1 g/L 的 TiO_2 标准储备液 (0.9 mol/L H_2SO_4 介质)。用此储备液稀释成 50 mg/L (0.9 mol/L H_2SO_4 介质) 的工作液。

二安替比林甲烷溶液 10 g/L: 称 1 g 二安替比林甲烷试剂溶于 100 mL 2 mol/L 的 HCl 中。

1.3 实验方法

取一定量标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 加入 20 g/L 抗坏血酸 5 mL, 摇匀, 加二安替比林甲烷溶

液 20 mL, 水稀至刻度, 摇匀, 放置 30 min 后测定。

2 结果和讨论

2.1 光源和测定波长的选择

由于原子吸收分光光度计不是使用连续光源, 而是使用产生锐线光谱的空心阴极灯, 因此必需选择适当的空心阴极灯及波长才能进行所要做的紫外及可见分光光度测定。二安替比林甲烷与 5 mg/L 的 TiO_2 显色后在 UV- VIS 8500 分光光度计上测得的吸收光谱如图 1 所示。从图 1 看出, 选择 350~ 450 nm 波长都适合用于测定。390 nm 为峰值吸收, 灵敏度最高。表 1 列出了几种空心阴极灯及其可用于测定的波长的实验数据。实验证明表中所列各元素的空心阴极灯及波长均可用于二安替比林甲烷与钛的显色测定。其中, 增益读数小, 信噪比高, 光强稳定的有利于测定, 测定样品时可根据实际情况选择使用。

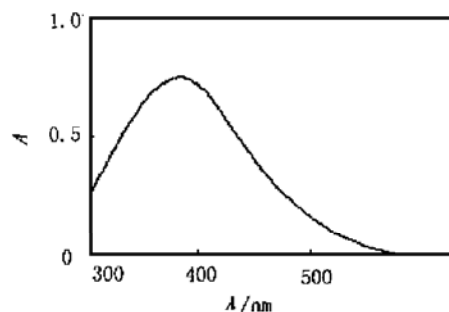


图 1 吸收光谱

Fig. 1 Absorption spectra

收稿日期: 2000-10-10; 修订日期: 2001-03-05

作者简介: 杨重九 (1947-), 男, 四川成都市人, 高级工程师, 化学分析专业, 长期从事岩矿测试工作。

表1 可用空心阴极灯及波长的实验结果^①

Table 1 Test results for selected hollow cathode lamps and wavelengths

灯 lamp	生产厂 manufactory	$i_{\text{灯}}/\text{mA}$ lamp current	λ/nm wavelength	增益 gain	桑德尔灵敏度 sandell sensitivity
Pb	日立	7.5	406.0	535	0.006 23
Fe	宁强	10.0	372.3	435	0.006 01
			386.1	491	0.005 85
Sr	上海	10.0	461.0	498	0.016 20
			421.8	652	0.007 37
			352.3	582	0.007 46
Mo	日立	10.0	390.3	587	0.005 85
			386.7	558	0.005 85
Ca	宁强	4.0	422.7	530	0.007 44
Co	宁强	10.0	387.6	506	0.005 85
			352.8	402	0.007 46

①狭缝(slot) 1.3 nm, 光强读数(optical intensity) 100。

2.2 比色皿托架的制作

用原子吸收分光光度计进行紫外及可见分光光度测定时需光源和检测器之间的光路中固定一个比色皿托架,以保证测定时光路位置固定。作者自制了一个简易的比色皿托架,如图2(a)所示。用一块包装用的硬泡沫塑料切成如图所示尺寸的长方形,在中间正对光源入射窗口位置挖一个略小于1 cm比色皿架的缺口,将其卡在日立180-80原子吸收分光光度计石墨炉前面的光源入射窗口处,如图2(b)所示。务必卡紧,使其使用时不会发生位移。测定时将盛有待测试液的1 cm比色皿插入该架即可开始测定。图2是日立180-80原子吸收仪的火焰燃烧

室和石墨炉部分的俯视图,自制的比色皿托架是利用其硬泡沫材料有一定的弹性卡在图示位置,安装拆卸都很方便,而且安装比色皿托架后无论对原子吸收的火焰测定还是石墨炉测定都毫无影响。

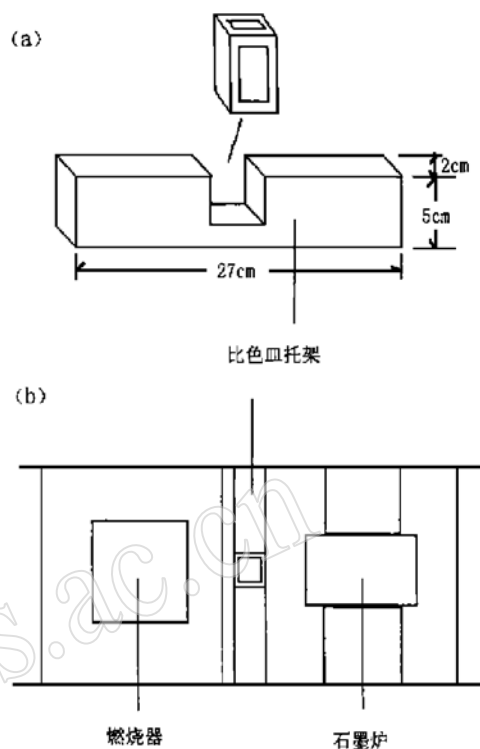


图2 比色皿托架及安装位置

Fig. 2 Cell holder and its fixing place

2.3 标准系列测定

分取一系列标准 TiO_2 溶液,按实验方法显色,于加装了自制简易比色皿托架的日立180-80原子吸收分光光度计上测定,结果列于表2。从表中数据可看出各波长测定结果的线性关系都很好。

表2 标准溶液测定结果

Table 2 The determination results for standard solutions

灯 lamp	λ/nm	$\rho(\text{TiO}_2)/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$					Abs
		0.0	2.5	5.0	7.5	10.0	
Co	387.6	0.038 5	0.465 5	0.894 1	1.321 3	1.748 7	1.000 00
	352.2	0.048 8	0.385 0	0.721 7	1.056 1	1.389 3	1.000 00
Mo	390.3	0.039 8	0.485 1	0.930 1	1.340 2	1.750 1	0.999 76
Pb	406.0	0.034 1	0.451 1	0.866 5	1.253 3	1.640 1	0.999 81
Sr	421.8	0.024 8	0.369 2	0.713 5	1.047 7	1.381 9	0.999 97
	461.0	0.015 0	0.173 2	0.331 0	0.482 1	0.631 2	0.999 90
Fe	372.3	0.056 7	0.474 5	0.892 0	1.287 3	1.682 2	0.999 89
	386.1	0.057 7	0.496 5	0.934 7	1.351 1	1.766 4	0.999 90
Ca	422.7	0.037 6	0.380 2	0.722 5	1.051 9	1.381 8	0.999 95

2.4 国家一级标样的测定

用国家一级岩石标样按常规方法制样显色, 分别于日立 180-80 原子吸收仪、UV-VIS 8500 分光光度计、721 分光光度计上测定, 测定结果列于

表 3。从表中可看出本法的测定结果无论是准确度还是精密度都明显地优于低档的 721 分光光度计的测定结果。

表 3 国家一级标准样品测定结果^①

Table 3 The analytical results of Ti in standard samples

$w(\text{TiO}_2) / 10^{-2}$

样品编号 sample No.	标准值 C. V.	HITACHI 180-80		UV-VIS 8500		721 分光光度计	
		测定值 found	标准偏差 standard deviation	测定值 found	标准偏差 standard deviation	测定值 found	标准偏差 standard deviation
GBW 07105	2.37 ± 0.10	2.37	0.08	2.36	0.09	2.39	0.10
GBW 07109	0.48 ± 0.14	0.47	0.04	0.47	0.04	0.46	0.05
GBW 07112	7.69 ± 0.20	7.68	0.16	7.68	0.15	7.60	0.22
GBW 07114	0.015 ± 0.03	0.014	0.003	0.016	0.003	0.017	0.005

① 测定次数 $n = 5$ 。

3 结论

通过初步实验表明在原子吸收分光光度计上添置一个简易的比色皿托架就可以使原子吸收分光光度计作为紫外及可见分光光度计使用, 不仅可

测 TiO_2 , 亦可测定其他元素。

4 参考文献

- [1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析 (第一分册) [M]. 第三版. 北京: 地质出版社, 1991. 36.

UV-VIS Spectrophotometric Determination of Titanium Oxide by Using Atomic Absorption Spectrophotometer

YANG Chong-jiu

(Analytical Center, Chengdu Institute of Geology and Mineral Resources, Chengdu 610082, China)

Abstract: In this paper, UV-VIS spectrophotometric determination of titanium oxide with chromogenic reagent of diantipyrylmethane by atomic absorption spectrometer equipped with self-made simple cell holder was reported.

Key words: UV-VIS spectrophotometry; atomic absorption spectrometer; titanium