

文章编号:1000-7571(2004)01-0015-03

悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法测定 硬脂酸钙中钙及硬脂酸锌中锌

刘立行*, 于 萌

(辽宁石油化工大学应用化学系, 辽宁抚顺 113001)

摘 要:建立了悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法快速测定硬脂酸钙中钙及硬脂酸锌中锌的分析方法。将样品过筛,制备成 OP-琼脂悬浮液,以 La^{3+} 作为钙的释放剂,以盐酸溶液作为锌的释放剂,用工作曲线法测定。对悬浮剂的选择、介质的影响、硬脂酸根基体的影响、背景吸收干扰及线性范围进行了考察。测定结果与推荐值吻合,相对标准偏差 $< 1.6\%$,加标回收率 $97.5\% \sim 103.0\%$ 。

关键词:火焰原子吸收光谱法;悬浮液法;硬脂酸钙;硬脂酸锌;钙;锌

中图分类号:O657.31 **文献标识码:**A

硬脂酸钙及硬脂酸锌是重要的化工原料。硬脂酸钙是聚氯乙烯稳定剂兼润滑剂、油漆平滑剂、耐水剂、润滑油增厚剂及铅笔芯的原料;硬脂酸锌是化妆品润滑剂、粉末冶金及塑料制品脱模剂,橡胶制品硫化促媒活性剂的原料。目前,关于硬脂酸盐中主金属元素分析方法的文献甚少,文献[1-2]分别用络合滴定法及极谱法测定了硬脂酸钴中的钴及硬脂酸镍中的镍,文献[3]以微乳液分光光度法测定了硬脂酸锌中的锌。悬浮液法不污染环境,方法简便,几分钟即可完成样品处理,是很实用的快速样品预处理技术。文献[4-7]用悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法测定了粮食、茶叶、中草药及聚氯乙烯中的一些微量元素。用悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法测定硬脂酸钙中钙及硬脂酸锌中锌还未见报道。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

AA-2610型原子吸收分光光度计(北京朝阳华洋分析仪器有限公司)

钙标准储备溶液: 1.0mg/mL ,用经 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干 2h 的分析纯碳酸钙配制;钙标准工作溶液: $50\mu\text{g/mL}$;锌标准储备溶液: 0.5mg/mL ,用分析纯硫酸锌配制;锌标准工作溶液: $4\mu\text{g/mL}$;琼脂溶液: 1.5g/L ;盐酸溶液: 1 + 1;乳化剂 OP 溶液: 1 + 4; La^{3+} 溶液: 25mg/mL 。

1.2 仪器工作条件

经优化后所选取的钙、锌工作条件依次为:分析线 $\text{Ca } 422.7\text{nm}$, $\text{Zn } 213.9\text{nm}$;灯电流 4mA , 5mA ;燃烧器高度 4mm , 8mm ;空气流量 7.5L/min ,乙炔流量 1.33L/min ;单色器通带 0.2nm 。

1.3 样品处理方法——悬浮液法

称取 0.0500g 左右过 160 目筛(筛孔边长 0.96mm)的样品于小烧杯中,加入 2.0mL OP 溶液,用玻璃棒搅拌使样品润湿。用水转入 100mL 容量瓶中,对硬脂酸钙样品还要加入 30.0mL 琼脂溶液(硬脂酸锌不加),定容,摇匀,即可获得均匀的样品悬浮液。硬脂酸钙悬浮液可稳定约 70min ,硬脂酸钙悬浮液至少可稳定约 190min 。超过稳定时间,只需适当摇动即可。空白溶液:取 2.0mL OP 溶液,加入 30.0mL 琼脂溶液(硬脂酸钙不加),转入 100mL 容量瓶中,定容。

1.4 实验方法

1.4.1 测定硬脂酸钙中的钙:吸取 4.00mL 1.3 节配制的样品悬浮液于 25mL 容量瓶中,加入 1.0mL La^{3+} 溶液,以水定容;工作曲线标准溶液:取 $50 \sim 200\mu\text{g}$ 钙于 5 个 25mL 容量瓶中,加入 4.0mL 空白溶液及 1.0mL La^{3+} 溶液,以水定容,参比溶液为工作曲线溶液的空白溶液。

1.4.2 测定硬脂酸锌中的锌:吸取 0.50mL 样品悬浮液于 50mL 容量瓶中,以水定容;工作曲线标准溶液:取 $4 \sim 20\mu\text{g}$ 锌于 5 个 25mL 容量瓶中,均

收稿日期:2003-4-28

作者简介:刘立行(1938-),男(汉族),陕西山阳人,教授。

加入 0.25mL 空白溶液,以水定容;参比溶液为工作曲线溶液的空白溶液。

在试液容量瓶中放入电磁子,置电磁搅拌器上,在不断搅拌下喷入火焰,以对应参比溶液调零,测定积分 5s 的吸光度。用计算机进行回归,计算含量及工作曲线的斜率 S 。

2 结果与讨论

2.1 悬浮剂的选择

硬脂酸钙和硬脂酸锌为白色粉末,有结块,使用前应过 160 目筛。样品粉末为疏水物质,在水中及在琼脂溶液中漂在液面上,不能获得悬浮液。加入少量乳化剂 OP 或 TritonX-100 作为润湿剂,通过振动即可获得均匀、稳定的悬浮液,选用 OP。取 2.5mL OP 溶液(1+4)3 份,各加入 0.1g 硬脂酸锌,搅拌使样品润湿,再分别加入 0, 30, 50mL 琼脂溶液,以水定容至 100mL,悬浮液的稳定时间依次为 70, 110, 210min;对 0.1g 硬脂酸钙,稳定时间依次为 0, 190, 360min。可见,琼脂溶液量越多稳定时间越长。对硬脂酸锌可不必加入琼脂溶液,以 OP 溶液作悬浮剂;对硬脂酸钙,选择加入 30mL 琼脂溶液,以琼脂-OP 水溶液作悬浮剂。试验表明,OP 溶液加入量为 1.0~7.5mL 时,悬浮液稳定时间不变,选用 2.0mL OP 溶液。

2.2 化学干扰

磷、铝等元素对钙有化学干扰,通常加入释放剂或保护剂消除。试验表明,以 Sr^{2+} 作释放剂效果不好,以 La^{3+} 作释放剂较理想,测定结果见表 1。可以看出,共存元素对钙有化学干扰,加入 1.0~4.0mL La^{3+} 溶液吸光度最大且恒定,说明化学干扰已消除,选择加入 1.0mL La^{3+} 溶液。

表 1 La^{3+} 溶液用量对钙吸光度的影响

Table 1 Effect of amount of La^{3+} solution on the absorbance of calcium

La^{3+} 溶液量	0	1.0	1.5	2.5	4.0
Volume of La^{3+} solution(mL)					
样品悬浮液的吸光度(A)	0.066	0.417	0.423	0.422	0.420

2.3 介质影响

介质影响溶液的粘度、表面张力及火焰的燃烧性质。在本方法中,对硬脂酸钙样品,试液的介

质为 OP-琼脂溶液;对硬脂酸锌样品,试液的介质为 OP。考察结果表明,OP 介质对锌有一定增敏效应,使锌的吸光度略有增大;OP-琼脂溶液介质对钙有一定抑制效应,使钙的吸光度略有减小。为消除介质影响,在配制参比溶液、工作曲线溶液时,必须加入适量空白溶液,使其介质浓度与试液介质浓度一致。

2.4 硬脂酸根基体影响

用硬脂酸锌作基体考察硬脂酸根对钙的影响,用硬脂酸钙作基体考察硬脂酸根对锌的影响。结果表明硬脂酸根基体对锌、钙均无影响。可以用空白溶液作参比溶液。

2.5 盐酸对锌的释放效果

文献[8]介绍,在用悬浮液进样-火焰原子吸收光谱法测定烟叶中微量元素时,发现在火焰中铜、铁不能完全释放,加入适量酸可以促进铜、铁的释放,使吸光度提高 1 倍左右,起到释放剂的作用。盐酸、氢溴酸、硝酸、高氯酸的效果差不多。本文选取盐酸(1+1)进行考察,测定结果见表 2。

表 2 盐酸溶液(1+1)用量对锌吸光度的影响

Table 2 Effect of amount of hydrochloric acid solution (1+1) on the absorbance of zinc

盐酸溶液(1+1)(mL)	0	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0
Volume of HCl (1+1)						
锌的吸光度(A)	0.106	0.156	0.174	0.176	0.175	0.175

由表 2 可见,加盐酸后锌的吸光度明显增大,说明盐酸能促进锌的释放。加入 2.0~8.0mL 盐酸溶液,吸光度最大且稳定,表明锌已释放完全。选择在 25mL 溶液中加入 2.0mL 盐酸溶液(1+1)。

2.6 背景吸收干扰

使用氙灯进行背景扣除和不使用氙灯的测定值一致,表明无背景吸收干扰。

3 样品分析

样品分析按实验方法进行,结果见表 3,测定值与推荐值吻合,相对标准偏差小于 1.6%,方法精密度好。钙的加标回收率为 98.8%~102.9%,平均 100.6%,锌的加标回收率为 97.5%~103.0%,平均 100.3%,结果较理想。

表 3 样品中钙、锌测定结果

Table 3 Determination results of calcium

and zinc in samples

 $n = 6, w / \%$

样品	测定值	相对标准偏	回收率(%)	推荐值
Sample	Found	差(%)RSD	Recovery	Recommended
硬脂酸钙	6.86	1.5	100.6	6.4 ± 0.6
硬脂酸锌	11.29	1.5	100.3	11.4 ± 1.0

- [2] 牟柏林, 孙 军. 冶金分析[J], 1995, 15(2): 49.
 [3] 刘俊康, 吉红念, 虞学俊, 等. 无锡轻工业大学学报[J], 1998, 17(2): 79.
 [4] 刘立行, 栾树斌. 冶金分析[J], 1998, 18(4): 43.
 [5] 刘立行, 杜维贞, 李雪萍. 冶金分析[J], 1998, 18(5): 15.
 [6] 刘立行, 张起凯, 王明勇, 等. 药物分析杂志[J], 1999, 19(3): 181.
 [7] 刘立行, 祝黎明. 冶金分析[J], 2002, 22(1): 36.
 [8] 刘立行, 李 卓. 理化检验(化)[J], (待发表)

参考文献:

- [1] 吴雪洁. 化学世界[J], 1989, 30(6): 264.

Determination of calcium in calcium stearate and zinc in zinc stearate
by suspension sampling-flame atomic absorption spectrometry

LIU Li-xing, YU Meng

(Department of Applied Chemistry, Liaoning University of Petroleum & Chemical Technology, Fushun 113001, China)

Abstract: An analytical method for rapid determination of calcium in calcium stearate and zinc in zinc stearate by suspension sampling-flame atomic absorption spectrometry has been developed. The samples were sifted and made into OP - agar suspension. La^{3+} and hydrochloric acid were used as the releasing agent for calcium and zinc, respectively. Calcium and zinc were quantified by working curve method. Choice of suspending agent, effect of medium, effect of stearic radical, background absorption interference and linear range were studied. The relative standard deviations were less than 1.6%. The recoveries obtained were in the range of 97.5% - 103.0%.

Key words: flame atomic absorption spectrometry; suspension sampling; calcium stearate; zinc stearate; calcium; zinc