

火焰原子吸收光谱法测定 硝酸铯中的铜、铅、钠和铁

熊 敏 贺与平 单 云 何素芳 刘春侠

(昆明理工大学分析测试研究中心 昆明市学府路 253 号 650093)

摘 要 硝酸铯液体样品, 加硝酸酸化定容后, 无需分离富集, 采用快速火焰原子吸收光谱法同时测定其杂质元素铜、铅、钠和铁含量, 方法简便, 快速, 可满足实际生产质量监控过程需求。

关键词 快速火焰原子吸收光谱法, 硝酸铯, 铜, 铅, 钠, 铁。

中图分类号: O 657. 31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2009)02-0411-03

1 前言

硝酸铯溶液是汽车尾气催化转化器的涂层原料, 测定并控制其中杂质元素铜、铅、钠和铁含量对催化转化器生产研制意义重大, 目前, 尚无快速火焰原子吸收光谱法同时测定硝酸铯中杂质元素方法的报道^[1, 2]。本文研究的原子吸收光谱法一次进样可同时测定各杂质, 具有简单快速, 实用性强等特点。加标回收率: 铜 95 78%—98 47%、铅 100 44%—103 42%、钠 98 10%—100 82%和铁 105 20%—107. 80%。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

SpectrAA 220FS 原子吸收光谱仪(美国瓦里安公司); 模仿顺序式单道 ICP-AES 的工作原理, 一次进样可同时测定多个元素, 铜、铅、钠和铁空心阴极灯。试验用水用石英亚沸蒸馏器制备。

硝酸(优级纯), 盐酸(优级纯)。

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

元素	波长(nm)	灯电流(mA)	光谱通带(nm)	扩展系数	空气流量(L/min)	乙炔流量(L/min)
Cu	324.8	5.0	0.5	1.0	11.00	2.00
Pb	283.3	5.0	0.5	5.0	11.00	2.00
Na	330.3	4.0	0.2	1.0	11.00	2.00
Fe	248.3	5.0	0.2	5.0	13.50	2.00

2.2 校准曲线绘制

铜、铅、钠和铁单元素标准贮存溶液 1g/L, 用时逐级稀释。按表 2 配制成铜、铅、钠混合标准工作溶液。

联系人, 电话: (0871) 5113973; 手机: (0) 13888850021; E-mail: xm_66666@yahoo.com.cn

作者简介: 熊敏(1960—), 女, 昆明市人, 副研究员, 主要从事化学分析工作。

收稿日期: 2008-10-14; 接受日期: 2008-11-03

表 2 铜、铅、钠混合标准工作溶液配制

元 素		质量浓度(mg/L)			
Cu	0 0	0 25	0 50	0 75	1 00
Pb	0 0	0 25	0 50	0 75	1 00
Na	0 0	12 5	25 0	37 5	50 0

按表 3 配制铁标准工作溶液。

表 3 铁标准工作溶液配制

序号	1	2	3	4
每 25mL 标准工作溶液中加入试样溶液量(mL)	1 0	1 0	1 0	1 0
Fe(mg/L)	0 0	0 3	0 6	0 9

2 3 样品处理

用刻度移液管准确移取硝酸铈液体样品 1.25mL 于 25mL 棕色容量瓶中,加入硝酸(ρ1.42) 1.25mL,用水稀至刻度,混匀。于原子吸收光谱仪上进行测定。

2 4 样品测定

按表 1 所列的仪器工作条件用校准曲线法直接测定铜、铅和钠的含量。标准加入法测定铁含量。

3 结果与讨论

3 1 回收率的测定

进行了硝酸铈中各杂质元素的加标回收实验,结果见表 4。

表 4 加标回收实验

样号	元素	试样测得值 (μg/mL)	加标量 (μg/mL)	回收值 (μg/mL)	加标回收率 (%)
1	Fe	0.244	0.5	0.783	107.80
			1.0	1.296	105.20
			1.5	1.843	106.60
			2.0	2.364	106.00
2	Cu	0.113	0.5	0.604	98.08
			1.0	1.071	95.78
			1.5	1.571	97.17
			2.0	2.083	98.47
3	Pb	0.121	0.5	0.631	103.42
			1.0	1.120	100.69
			1.5	1.620	100.44
			2.0	2.124	100.51
4	Na	41.08	25	66.29	100.82
			50	90.88	99.59
			75	114.66	98.10
			200	237.62	98.27

3 2 精密度实验

见表 5。

4 结论

上述实验结果表明,本方法样品前处理手续简单,测定周期短,在硝酸铈生产和催化转化器生产研制过程中,控制其中杂质元素含量具有很强的实用价值。

表 5 精密度实验

元素	Cu(g/L)	Pb(g/L)	Na(g/L)	Fe(g/L)
测定值	0.00284	0.00375	1.115	0.00468
	0.00286	0.00400	1.121	0.00485
	0.00301	0.00375	1.089	0.00427
	0.00285	0.00364	1.102	0.00420
	0.00300	0.00385	1.043	0.00451
	0.00294	0.00369	1.105	0.00435
平均值	0.00292	0.00378	1.096	0.00448
RSD (%)	2.67	3.40	2.57	5.66

参考文献

[1] 褚连青, 王金钢. FAAS 法测定高纯铝丝中的铁、铜、锌、锰和镁[J]. 现代仪器, 2000, (1): 17—18
[2] 林园. 火焰原子吸收光谱法测定高纯金锭中铜、银、铁、铅、铋、锑[J]. 冶金分析, 2005, 25(2): 50- 51

Determination of Copper, Lead, Sodium and Iron in Rhodium Nitrate by FAAS

XIONGM in HE Yu-Ping SHAN Yun HE Su-Fang LU Chun-Xia
(Research Center for Analysis and Measurement Kunming University of Science and Technology,
No. 253 Xuefu Road, Kunming 650093, P. R. China)

Abstract It is unnecessary to separate and concentrate the harmful elements in rhodium nitrate for determination. The harmful elements in rhodium nitrate was diluted with nitric acid and distilled water. The contents of harmful elements of copper, lead, sodium and iron were directly determined. Satisfactory results were obtained with this method for the quality control during the process the rhodium nitrate solution production.

Key words Flame Atomic Absorption Spectrometer in Sequence, Rhodium Nitrate, Copper, Lead, Sodium, Iron.

招聘启事

本刊招聘编辑 1 名

因工作需要, 本刊招聘编辑 1 名, 条件如下:

- 1. 大学化学或物理学本科(含以上, 包括同等学力)毕业, 成绩良好;
- 2. 身体健康, 不吸烟, 不喝烈性酒; 对人诚实、守信、和善;
- 3. 工作认真负责, 任劳任怨, 勤奋、节俭, 热爱科学, 愿为《光谱实验室》期刊事业奋斗不息;
- 4. 不限户口, 性别, 年龄, 民族, 党派, 信仰, 是否有残疾(身残志坚者优先)等。

有意者, 请将个人简历及学历复印件寄至北京市高梁桥斜街 13 号院 35 号楼 204 室《光谱实验室》编辑部, 邮编: 100081; 电邮: gpsys@263.net, 勿访。

《光谱实验室》编辑部