

连续光源火焰原子吸收光谱法测定污水中铜镍铁
Determination of Cu, Ni, Fe in Sewage Sample by Continuum Source
Flame Atomic Absorption Spectrometry

1 实验部分

1.1 样品制备

取 20 mL 污水样品,加入 200 μL ϕ = 65% (体积分数,下同)的 HNO3 进行酸化,然后加入 200 μL 100 g/L LaCl3 作为离子抑制剂。

1.2 测定方法

制备好的样品直接用德国耶拿分析仪器股份公司的 Contr AA® 300 连续光源火焰原子吸收光谱仪(配有 SFS 6 分段流动注射装置和 AS 52s 自动进样器)进行测定。

仪器工作条件见表 1;元素测定条件见表 2。

表 1 仪器工作条件

Table 1 Working parameters of the instrument

Table with 8 columns: Element, Measurement wavelength, Flame type, Fuel flow, Fuel/oxidant ratio, Burner width, Burner angle, Burner height. Rows for Cu, Ni, and Fe.

表 2 元素测定条件

Table 2 Measurement conditions of the elements

Table with 6 columns: Element, Number of measurements, Integration time, Analysis, Spectral observation width (nm and Pixel). Rows for Cu, Ni, and Fe.

2 标准曲线绘制

在 ϕ = 1.5% 的 HCl 和 1 g/L LaCl3 溶液中分别手工配制浓度梯度均为 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 mg/L 的 Cu、Ni 和 Fe 标准系列。

采用标准曲线法绘制 Cu、Ni 和 Fe 标准曲线(图 1)。Cu、Ni 和 Fe 各元素测定次数 3 次,积分时间 2 s,30 光谱(spectra)。

Cu、Ni 和 Fe 标准曲线取重复测定平均值;均采用非线性曲线校正。

3 样品分析

样品的分析谱图见图 2,测定结果见表 3。

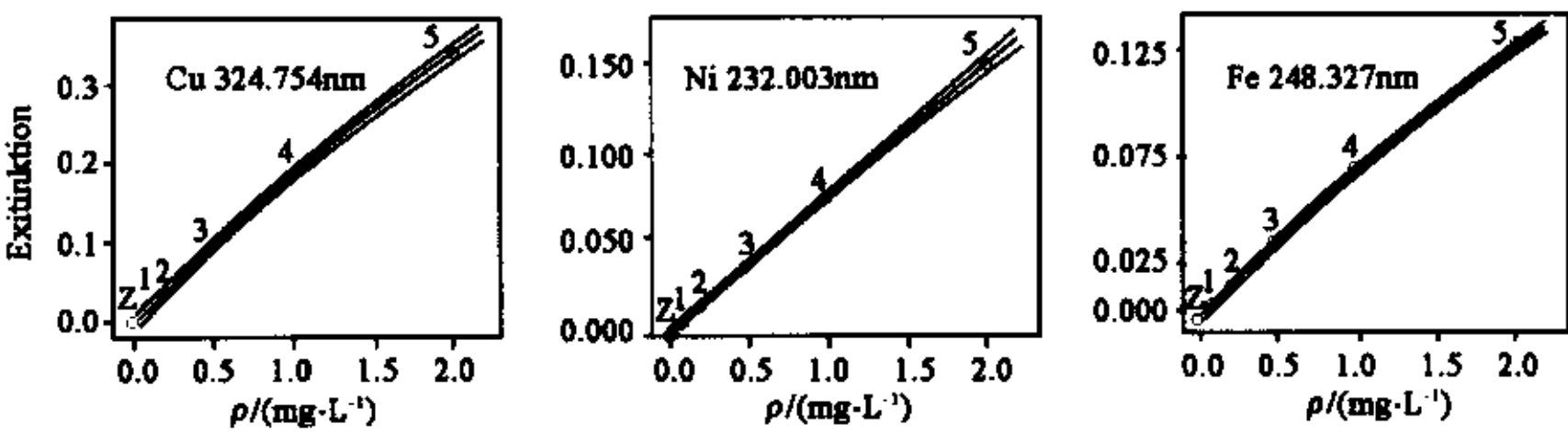


图 1 标准曲线

Fig. 1 Correction curves

Cu 元素: C0=0.021 mg/L,曲线相关系数为 0.9983;
Ni 元素: C0=0.058 mg/L,曲线相关系数为 0.9988;
Fe 元素: C0=0.057 mg/L,曲线相关系数为 0.9995。

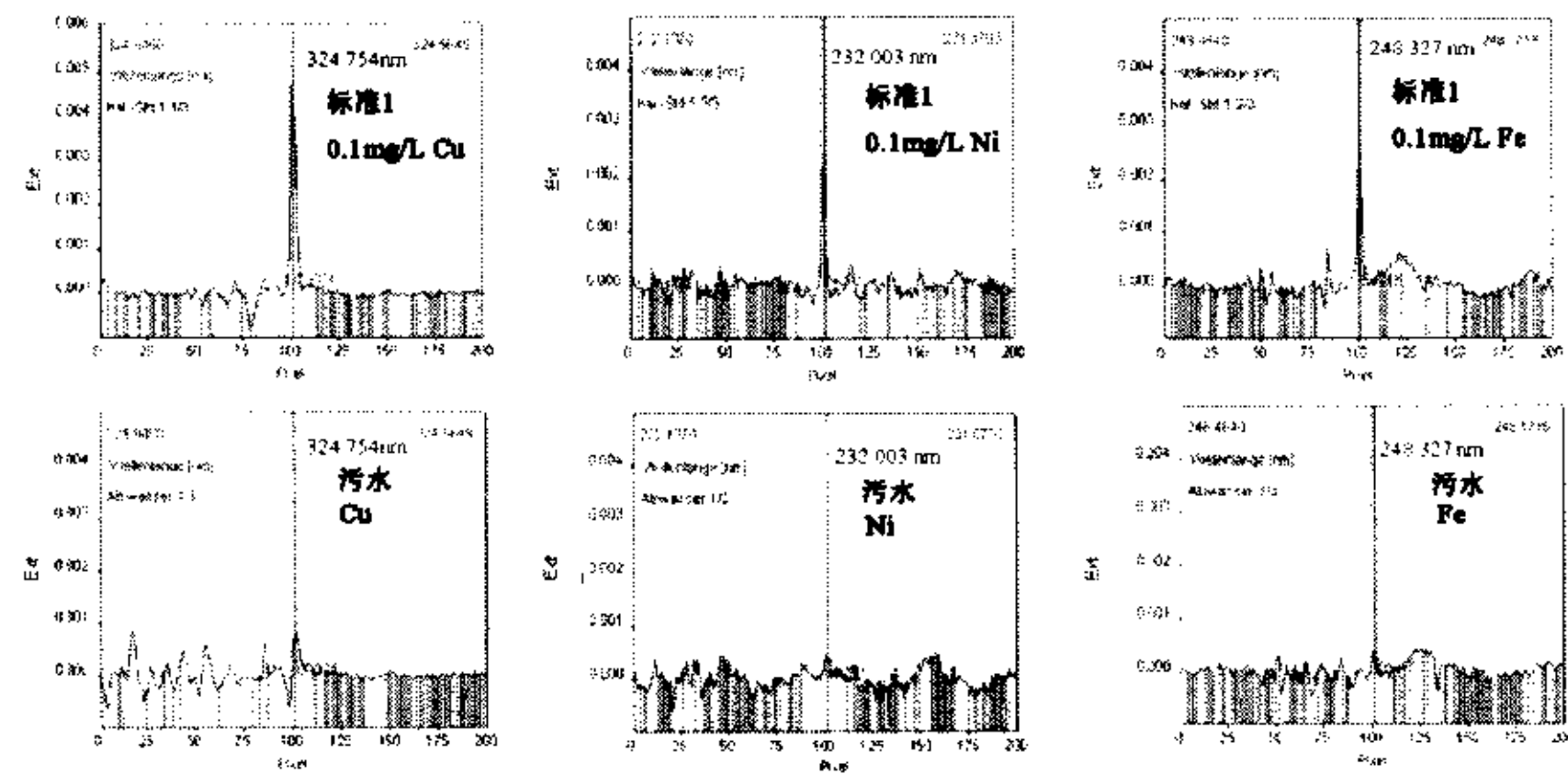


图 2 分析线及其邻近谱线

Fig. 2 Analytical lines and near spectral lines

表 3 样品分析结果①

Table 3 Analytical results of samples

Table with 6 columns: Sample, Element, Measured value, Requirement level, Measured value, Recovery rate R/%. Rows for Cu, Ni, and Fe in sewage sample.

① LOD 代表检测限; R 为回收率。

4 结语

样品的光谱背景直接在分析线上被同时校正,因此,方法的建立简单。测定时还可以观察到样品中共存物质可能产生的吸收线,即光谱干扰,而这些谱线由于仪器的高分辨率不会干扰分析。元素的含量在待测范围内。contrAA® 300 高分辨连续光源火焰原子吸收光谱仪测定污水中的 Cu、Ni、Fe,没有光谱干扰,方法简单。

德国耶拿分析仪器股份公司供稿
方法编号: CSAA_FL_09_05_e