

火焰原子吸收光度法测定废水中总铬

刘荣臻

(江河化工厂,湖北 远安 444200)

摘要:阐述了硝酸-高氯酸消解、火焰原子吸收法直接测定工业废水中总铬。方法特征灵敏度0.054 mg/L(1%吸收),检测限0.036 mg/L,加标回收率96%~102%,相对标准差1%~17%。

关键词:火焰原子吸收光度法;总铬;工业废水

中图分类号:O 657.31 文献标识码:B 文章编号:1006-2009(2000)01-0035-01

Determination of Total Chromium in Waste Water by Flame AAS

LIU Yong-zheng

(Jianghe Chemical Plant, Yuanan, Hubei 444200, China)

Abstract: Chromium in waste water was determined by flame AAS with $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ digestion. The sensitivity of the method was 0.054 mg/L(1% absorption). Detection limit was 0.036 mg/L. Recovery was in the range of 96%~102%. RSD was 1%~17%.

Key words: Flame AAS; Total Chromium; Waste water

1 试验

1.1 样品预处理

将废水样摇匀,取两份分别移于200 mL烧杯中,加入硝酸5 mL,在电热板上低温加热消解,蒸至10 mL左右,再加入硝酸5 mL、高氯酸2 mL,继续消解,蒸至约1 mL,取下冷却。用0.16 mol/L硝酸热溶解残渣,必要时以中速滤纸过滤。加入100 g/L氯化铵溶液4 mL,冷却定容至100 mL测定。同时做空白。

1.2 仪器工作条件

波长357.9 nm,光谱通带0.2 nm,灯电流5.0 mA,空气量3.5 L/min,乙炔量0.7 L/min。

1.3 校准曲线

分别吸取40.0 mg/L铬标准溶液系列移入6个100 mL容量瓶中,加100 g/L氯化铵溶液4 mL,用0.16 mol/L硝酸稀释至刻度,摇匀,配成0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、1.20 mg/L、2.0 mg/L和4.0 mg/L标准系列。按仪器工作条件,绘制校准曲线。回归方程: $y = a + bx$ 。

$a = -0.0004 \sim 0.001$; $b = 0.784 \sim 0.864$;

$r = 0.9999$ 。

2 结果与讨论

2.1 干扰及消除^[1]

测定中的干扰主要来自:(1)样品中各种铬化合物在相同条件下,其灵敏度不同;(2)在富燃条件

下,铬的灵敏度较高,而样品中共存的Fe、Ni、Pb、Mg的干扰也较大;(3)铬在火焰中易生成难熔的高温氧化物。

加入的氯化铵是增敏剂,可使不同铬化合物的测定灵敏度趋于一致,并使之有所提高;它又是干扰抑制剂,消除了共存元素Fe、Ni、Pb、Mg等的干扰;它还是助熔剂,避免了铬在火焰中生成难熔的高温氧化物。

2.2 灵敏度与检测限

方法的特征灵敏度为0.054 mg/L(1%吸收)。按照国际理论与应用化学联合会给定的检测限定义,方法的检测限为0.036 mg/L。

2.3 精密度

对3个不同浓度的工业废水样进行10次重复分析,测定均值分别为0.063 mg/L、0.866 mg/L和1.86 mg/L,其相对标准差为17%、2.5%和1.1%。

2.4 加标回收率

对20多个不同浓度工业废水样进行加标回收试验,其回收率在96%~102%之间。

该法可同时测定工业废水中的总镉和总镍。

[参考文献]

[1] 魏复盛,齐文启.原子吸收光谱及其在环境分析中的应用[M].北京:中国环境科学出版社,1988.186.

收稿日期:1998-11-05;修订日期:1999-09-17

作者简介:刘荣臻(1965-),男,湖北谷城人,工程师,学士,长期从事原子吸收法分析工作。本栏目责任编辑 李延嗣