

单缝石英管火焰原子吸收法测定 聚丙烯及明胶中微量铜

刘立行¹, 刘旭昆²

(1. 辽宁石油化工大学 应用化学系, 辽宁 抚顺 113001; 2. 抚顺乙烯化工厂 聚乙烯车间, 辽宁 抚顺 113004)

[摘要] 建立了单缝石英管原子捕集法测定聚丙烯及明胶中微量铜的火焰原子吸收光谱法. 通过吸喷铝溶液使石英管内壁镀上一层 Al_2O_3 膜, 可有效地消除铁等共存元素对铜的干扰. 人工合成样品回收率为 101.5%, 样品测定结果与分光光度法一致, 相对误差小于 $\pm 5.5\%$, 加标回收率为 96.8%–104.4%. 线性范围为 0–0.8 $\mu\text{g/mL}$. 与常规火焰原子吸收光谱法相比, 单缝石英管原子捕集法可使铜的测定灵敏度提高 2 倍.

[关键词] 火焰原子吸收光谱法, 单缝石英管原子捕集法, 聚丙烯, 明胶, 铜

[中图分类号] O657.31 **[文献标识码]** B **[文章编号]** 1672-1292(2006)01-0061-02

Determination of Copper in Polypropylene and Gelatin by FAAS with Single Slot Quartz Tube

LIU Lixing¹, LIU Xukun²

(1. Department of Applied Chemistry, Liaoning University of Petroleum and Chemical Technology, Fushun 113001, China;

2. Workshop of Polyethylene, Fushun Ethene Chemical Plant, Fushun 113004, China)

Abstract: An atom trapping FAAS method with single slot quartz tube for determining copper in polypropylene and gelatin has been developed. The interference of the coexistence elements including iron on copper is efficiently eliminated by means of plating Al_2O_3 layer in inner wall of quartz tube. The recovery of synthetic sample was 101.5%. The determination results of this method are consistent with those obtained by the spectrophotometry. The relative errors are less than $\pm 5.5\%$. The recoveries of standard addition were 96.8%–104.4%. The linear range was 0–0.8 $\mu\text{g/mL}$. The sensitivity of copper with atom-trapping of single slot quartz tube is three times higher than that conventional FAAS.

Key words: FAAS method, atom trapping with single slot quartz tube, polypropylene, gelatin, copper

聚丙烯树脂是制作电讯工程绝缘体的主要材料, 需要对金属元素含量进行全分析, 测定聚丙烯中微量铜的方法还未见报道. 明胶是感光工业的基本原材料之一, 其金属元素含量对感光材料的感光性能有重大影响, 采用缝管原子捕集法是提高火焰原子吸收法测定灵敏度的一条重要途径^[1,2]. 本文将单缝石英管火焰原子吸收法用于测定聚丙烯及明胶中的微量铜, 取得了成功, 为聚丙烯及明胶中的微量铜的测定提供了一条新途径.

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

HG-9002 型原子吸收分光光度计(沈阳华光精密仪器研究所); 单缝石英管: 管长 160 mm, 内径 6 mm, 缝长 100 mm, 缝宽 1 mm.

铜标准储备溶液: 0.500 g/L, 使用时稀释为 1.00 mg/L; 铝溶液: 1 g/L, 由氯化铝配制; 硝酸溶液: 1+1. 以上试剂均为分析纯, 实验用水为去离子水.

1.2 仪器工作条件

固定空气流量 350 L/h、光谱通带 0.2 nm, 选用铜的最灵敏线 324.8 nm 为分析线, 经优化后确定的工

收稿日期: 2005-06-28.

作者简介: 刘立行(1938-), 教授, 主要从事仪器分析教学及分析方法研究. E-mail: liulihangfs@tom.com

作条件依次为:燃烧器高度4 mm,灯电流3 mA,乙炔流量60 L/h.

1.3 样品处理方法

准确称取样品1 g左右于瓷坩埚中,置电炉上加热炭化,控制温度不使聚丙烯烃样品着火,在大部分炭消失后转入高温炉中,在550℃炭化2-3 h使灰分呈白色.取出坩埚,加硝酸溶液(1+1)6 mL,缓慢加热溶解灰分,待溶液蒸发至4 mL左右时,停止加热,冷却,用水转入10 mL容量瓶中,定容.

1.4 实验方法

1.4.1 石英管的安装及调节

在燃烧器上方安装一支架,将石英管缝口朝下使与燃烧器缝隙处于同一平面上,固定在支架上.调节空心阴极灯位置及支架位置使元素灯光束从石英管中心通过石英管,并使透光度达到最大.点燃火焰,吸喷1 g/L铝溶液3 min,使石英管内壁均匀地镀上一层 Al_2O_3 膜.

1.4.2 试液配制

试液:吸取样品溶液5.00 mL于10 mL容量瓶中,以水定容;工作曲线标准溶液:取标准 Cu^{2+} 0.5-3.0 μg 于5个10 mL容量瓶中,加入硝酸溶液2 mL,以水定容.以空白溶液调零,测定积分5 s的吸光度,用计算机回归计算含量.

2 结果与讨论

2.1 酸度影响

取标准 Cu^{2+} 3.0 μg 多份于10 mL容量瓶中,加入硝酸溶液0.5-6.0 mL,以水定容.结果表明加入硝酸溶液1-4 mL吸光度稳定,选择加入硝酸溶液2 mL.

2.2 线性范围

取标准 Cu^{2+} 0-12 μg 于10个10 mL容量瓶中,按实验方法操作,配制成宽浓度范围的标准溶液,绘制吸光度-浓度曲线,其线性范围为0-0.8 $\mu\text{g/mL}$.线性回归方程式为 $A=0.58C+0.0008$,相关系数 $r=0.9995$.常规FAAS法线性回归方程式为 $A=0.19C+0.0005$.式中 C 以 $\mu\text{g/mL}$ 表示.其斜率比为3.05,可见,单缝石英管火焰原子吸收光谱法可使铜的测定灵敏度提高2倍.

2.3 人工合成样品分析

在石英管表面上进行原子捕集,干扰严重,大于0.5倍铜量的铁对铜的测定有干扰^[1].通过在石英管表面上喷镀一层金属氧化物(例如 Al_2O_3)膜可有效地消除共存元素的干扰^[2].这里试图通过对人工合成样品的分析,来检验喷镀 Al_2O_3 膜的单缝石英管消除干扰的效果.人工合成样品的元素包括聚丙烯烃及明胶样品通常可能含有的元素,其组成($\mu\text{g/mL}$)为: Cu^{2+} 1、 Fe^{3+} 80、 Ca^{2+} 500、 Mg^{2+} 1000、 Na^+ 1000、 K^+ 500、 Ni^{2+} 2、 Zn^{2+} 2、 Co^{2+} 2、 Pb^{2+} 2、 Mn^{2+} 3、 Cd^{2+} 1.吸取人工合成样品溶液3.00 mL,按实验方法操作,6次测定的回收率(%)为101.0、103.8、100.9、101.6、98.8、102.7,平均101.5.这表明,用镀 Al_2O_3 膜的单缝石英管进行原子捕集,可消除包括80倍量铁在内的共存元素对铜的干扰.

2.4 样品分析

样品分析按样品处理方法及实验方法操作,测定结果:聚丙烯4.3 $\mu\text{g/g}$, RSD 5.1%,加标回收率96.8%-103.7%;明胶1.53 $\mu\text{g/g}$, RSD 7.5%,加标回收率98.8%-104.4%.分光光度法测定结果为:聚丙烯4.1 $\mu\text{g/g}$, RSD 4.4%;明胶1.45 $\mu\text{g/g}$, RSD 5.4%.本方法测定结果与分光光度法一致,相对误差小于 $\pm 5.5\%$.结果良好.

[参考文献](References)

- [1] 李惠兰. 单缝石英管火焰原子吸收法测定地表水中铜、铅、镉、锌[J]. 上海环境科学, 1996, 15(9): 42-44.
LI Huilan. Determination of Cu, Zn, Pb and Cd in surface water by FAAS with single slot quartz tube[J]. Shanghai Environmental Science, 1996, 15(9): 42-44. (in Chinese)
- [2] 杨海燕, 黄淦泉, 钱沙华. 缝管原子捕集法中的原子化机理[J]. 分析化学, 1997, 25(2): 185-188.
YANG Haiyan, HUANG Ganquan, QIAN Shahua. Mechanisms of atomization in slotted tube atom-trapping atomic absorption spectrometry[J]. Chinese Journal Analytical Chemistry, 1997, 25(2): 185-188. (in Chinese)

[责任编辑:严海琳]