

# 火焰原子吸收法分析大红粉染料中的 Ba、Cr 和 Pb 含量

牛映斗 李长青

(北京普析通用仪器公司原子光谱仪器部 北京 100081)

大红粉染料是一种油溶性染料,在制造过程中使用了大量钡盐,因此在大红粉中含有相当多的钡盐和其它重金属。从安全使用考虑,对它们规定了最高容许含量。检测它们在染料中的含量是产品质控的重要环节。

大红粉中这些金属的检测常用盐酸浸提法、高温灰化法等办法处理样品。酸浸提需用恒温振荡提取,当缺乏恒温振荡设备时,通常使用浓硫酸消化法或者高温灰化法。

本文介绍用高温灰化样品,硝酸溶解灰份制成待测溶液后用空气—乙炔火焰原子吸收法测定大红粉中钡等金属元素的方法。

## 1. 仪器及试剂:

### 1.1 仪器

1.1.1 原子吸收分光光度计:北京普析通用仪器有限公司产品,TAS—990 型。

1.1.2 高温灰化炉:天津泰斯特有限公司产品,SX—5—12 型

1.1.3 电热板

### 1.2. 试剂

1.2.1 Ba、Cr 和 Pb 标准溶液。浓度均为 1000 $\mu$ g/ml。

1.2.2 10% $\text{HNO}_3$ ,由优级纯浓  $\text{HNO}_3$  配制。

1.2.3 1% $\text{HNO}_3$ ,由优级纯浓  $\text{HNO}_3$  配制。

1.2.4 5% $\text{SrCl}_2$ ,由分析纯  $\text{SrCl}_2$  配制。

## 2. 仪器参数

2.1Ba: 空气—乙炔火焰中可测量最高浓度达 500 $\mu$ g/mL 的 Ba。样品中若存在磷酸盐、硫酸盐、铝及高含量铁时会引起严重干扰,但大红粉染料不含这些干扰物。故可保证空气—乙炔火焰分析的准确性。钡在火焰中原子化时自由原子只在限定的小区域内浓集,因此应将分析线通过这一 Ba 原子富集区。经测试在 TAS—990 型仪器上在燃烧头高度为 12mm 时分析线正好通过这一富集区,可保证分析的灵敏度。钡必须在富燃空气—乙炔火焰中测定,经测试乙炔流量在 2500mL/分时,钡具有最高灵敏度。此时灯电流为 6mA,波长 553.6nm,光谱带宽为 0.2nm。

钡标准曲线系列为:0、100、200、300 和 400 $\mu$ g/mL。每个溶液在定容前各加入 1mL 氯化锶溶液。

校准曲线方程为  $A = 0.0006(C) + 0.004$ ,  $r = 0.9943$ 。

2.2Cr: 铬在空气—乙炔火焰中表现出原子化行为与价态有关。本测量中使用六价铬标准溶液,样品酸溶时采用 10%  $\text{HNO}_3$  以保证铬处于六价状态。铬必须在富燃火焰中测量。故铬的仪器条件为波长 357.9nm,光谱带宽 0.2nm,灯电流 2mA。乙炔流量 3000mL/分钟。

Cr 标准曲线系列为:0、0.5、1.0、1.5、2.0 $\mu$ g/mL。

校准曲线方程为  $A = 0.0188(C) + 0.0045$ ,  $r = 0.9998$ 。

2.3Pb: 铅在空气—乙炔火焰中能充分原子化。铅的仪器条件为波长 283.3nm,光谱带宽为 0.4nm,灯电流 3mA,乙炔流量 1500mL/分钟。燃烧头高度为 15mm。

Pb 标准曲线系列为 0、0.5、1.0、1.5 和 2.0 $\mu$ g/mL。

校准曲线方程为  $A = 0.0334(C) - 0.0005$ ,  $r = 0.9977$ 。

## 3. 样品制备:

在万分之一分析天平上准确称取 2.00g 样品，置入 50mL 石英烧杯中。在电炉上低温（炉丝呈暗红色）碳化样品，直至完全碳化（应在通风橱内进行）。将完全碳化的样品置入高温灰化炉中加温灰化，先在 200℃ 半小时，后升温至 500℃，保持此温度约 4 小时即可完全灰化。灰化完全的标志是烧杯中的灰粉呈灰白色，无任何黑色碳粒，否则应继续灰化。

用坩锅钳取出烧杯置电热板上，冷至室温，沿杯内壁加入 10mL 10% HNO<sub>3</sub>。将电热板加热至溶液微沸状态 10 分钟，停止加热，溶液冷却后经定量滤纸滤入 25mL 比色管中。沉淀用小量 1% HNO<sub>3</sub> 溶液洗涤过滤，至少五次，每次 2mL，滤液仍滤入比色管中。用去离子水定容前加入 1mL 5% SrCl<sub>2</sub> 溶液。定容后充分混匀。按仪器参数进行各元素分析。

#### 4. 分析结果：

下表中列出本法测量结果。

大红粉中 Ba、Cr 和 Pb 含量 (mg/Kg)

元素	Ba	Cr	Pb
含量	374.6±17.65	< 1.5	0.234±0.007

\*溶液中 Cr 含量低于标准曲线最低点 (0.5μg/mL)，按其吸光度值 (0.003A) 计算为最低点的 1/5，故可估计其含量小于 1.5mg/Kg。

\*\*表中数据系两份平行试样平均值。

#### 5. 讨论

5.1 由于大红粉染料中含大量的 Ba，故可用空气—乙炔火焰法准确分析，而且分析结果与 ICP—MS 结果 (376mg/Kg) 十分一致。

5.2 由于 ICP—MS 的灵敏度通常低于原子吸收，所以 ICP—MS 报告中 Cr 和 Pb 只以 <5mg/Kg 报告。原子吸收分析结果比 ICP—MS 的结果更为精确。

#### 参考文献：

[1] 欧共体 EN71—3 安全无毒标准，颜料重金属测试方法。

[2] 扬州进出口玩具检验所：大红粉检验报告 (ICP-MS 法) 2003.10.30。