

火焰原子吸收光谱法连续测定 化探样品中的银、铜、铅和锌

刘殿丽 陈占生^a 陈雪^a

(河北地勘局第五地质大队 河北省唐山市 063000)

^a(武警黄金地质研究所 河北省廊坊市广阳道 93 号 065000)

摘 要 样品以氢氟酸、硝酸、高氯酸分解, 制成 HCl(1+9) 溶液, 在空气-乙炔火焰中, 水相直接测定铜、锌, TOA-MBK 萃取, 有机相中测定银、铅。

关键词 火焰原子吸收光谱法, 银, 铜, 铅, 锌。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2009)02-0218-03

1 前言

火焰原子吸收光谱法水相直接测定化探样品中的铜、锌, 方法简易准确, 在 1.5 万和 1.2 万化探样品分析中得到广泛应用。但化探样品分析中对银、铅的分析检出限有严格要求, 火焰原子吸收光谱法水相直接测定不能满足要求, 最近推荐的化探样品分析方法^[1]中应用石墨炉原子吸收光谱法能解决这个问题, 但目前许多队级实验室还未配备石墨炉原子吸收光谱仪, 为此, 在前人研究^[2]基础上本文通过实验表明, 利用水相-有机相-火焰原子吸收光谱法连续测定化探样品中的银、铜、铅、锌切实可行。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

仪器: WFX-IS3 型原子吸收分光光度计(北京地质仪器厂)。工作条件见表 1。

表 1 WFX-IS3 型原子吸收分光光度计工作条件

元素	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	燃烧高度 (mm)	空气流量 (L/min)	乙炔流量 (L/min)
Ag	328.1	0.4	1.5	8	6	0.5
Cu	324.7	0.2	1.5	6	6	1
Pb	283.3	0.4	2.5	8	6	0.5
Zn	213.9	0.2	4.5	6	6	1

三正辛胺(TOA)、甲基异丁酮(MBK)为分析纯;

氢氟酸、硝酸、高氯酸、盐酸等为分析纯, 实验用水为蒸馏水。

2.2 标准溶液

银标准: 准确称取光谱纯银 1.0000g 于 200mL 烧杯中, 加入 HNO₃ 10mL 加热至完全溶解, 冷

联系人, 手机: (0)15030636671; E-mail: pangzi66123@163.com

作者简介: 刘殿丽(1961—), 女, 石家庄市人, 工程师, 从事分析管理工作。

收稿日期: 2008-04-01; 接受日期: 2008-12-16

却, 移入 1000mL 容量瓶中, 用无氯离子的蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。浓度为 1 mg/mL 。

铜标准: 称取 0.3930 g 硫酸铜 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。浓度为 1 mg/mL 。

铅标准: 称取 0.1600 g 硝酸铅, 用 5 mL 硝酸溶液 (1+9) 溶解, 移入 100 mL 容量瓶中稀释至刻度, 摇匀。浓度为 1 mg/mL 。

锌标准: 称取 0.4400 g 硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), 溶于水, 移入 100 mL 容量瓶中稀释至刻度, 摇匀。浓度为 1 mg/mL 。

混合溶液: HNO_3 (1+19)。

工作溶液 A: $\rho(\text{Cu}) = 10\mu\text{g/mL}$, $\rho(\text{Zn}) = 10\mu\text{g/mL}$, 混合溶液 [HCl (1+19)]。

工作溶液 B: $\rho(\text{Ag}) = 1\mu\text{g/mL}$, $\rho(\text{Pb}) = 100\mu\text{g/mL}$, 混合溶液 [HNO_3 (1+19)]。

3 结果与讨论

3.1 溶矿试验

3.1.1 锌的准确测定

由于采用氢氟酸、硝酸、高氯酸分解样品, 所得到的溶液无沉淀, 并且对化探样品中的有机物质消除效果好, 给萃取带来了方便的条件, 但从试验结果看, 只要溶液中有少量的氢氟酸存在, 对所使用的定容玻璃器皿产生腐蚀, 而使其中的锌进入待测溶液中, 严重影响锌的测定。为解决这一问题, 进行了试验, 即在样品分解完全后, 加入硼酸溶液, 放在电热板上加热使其形成 BF_3 挥发, 试验结果表明, 效果显著, 见表 2。

表 2 测锌溶液样品预处理分析结果对照表 [$\omega(\text{Zn})/10^{-6}$]

标样	A	B	C
GSR-1	51	23	28
GSR-4	40	21	20
GSR-5	75	56	55
GSS-2	50	40	42
GSS-7	168	146	142
GSD-1	107	70	79

注: A——不加 H_3BO_3 ; B——加入 H_3BO_3 ; C——推荐值。

3.1.2 银、铅的萃取试验

银在化探样品中含量低, 用火焰法直接测定检出限难以达到要求, 采用萃取的办法使银富集可以提高分析灵敏度; 由于铅在水相中测定背景较大, 产生正干扰, 采用萃取的办法来消除干扰, 同时提高铅的灵敏度。按照本法, 有机相中银、铅的富集浓度为水相中的 4 倍, 相应地降低了这两种元素的检出限。

3.2 检出限

本分析方法的检出限 [$\omega(\text{B})/(10^{-6})$] 如下: 银为 0.03; 铜为 0.6; 铅为 0.7; 锌为 2。

3.3 样品分析

3.3.1 标准系列的配制

分取工作液 A: $0.005, 1, 2, 4, 6, 8, 10\text{ mL}$ 于 10 mL 比色管中, 以 5% 盐酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 用以测定铜、锌。

分取工作液 B: $0.01, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0\text{ mL}$ 标准溶液于 25 mL 比色管中, 加入 20 mL 10%

的盐酸溶液,用以测定银、铅。

3.3.2 样品预处理

称取 1g 试样于 50mL 聚四氟乙烯烧杯中,少许蒸馏水润湿,加入 15mL 氢氟酸、5mL 硝酸、2mL 高氯酸,放在电热板上加热分解样品,并蒸发至近干。取下冷却后,用 3% 的硼酸水溶液冲洗杯壁,继续放在电热板上加热至高氯酸的白烟冒尽,取下冷却后,加入 3% 硼酸-25% 盐酸混合液 10mL,置于电热板上加热,待盐类溶解后,取下稍冷将溶液转入 25mL 比色管中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

3.3.2.1 水相测定

吸取 25mL 比色管中的溶液 5mL,转入 10mL 比色管中,以 5% 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。在选好的仪器工作条件下,测定水相中的铜、锌。同时测定标准系列。

3.3.2.2 有机相测定

于剩下的 20mL 溶液中加入 2mL 40% 的碘化钾-20% 的抗坏血酸混合液,摇匀,准确加入 5mL 5% TOA-MBK,萃取 2min,静止 20min,同标准系列一起在选好的仪器工作条件下测定有机相中银、铅。

3.4 分析结果

见表 3。

表 3 标样分析结果对照表 [$\omega(B)/10^{-6}$]

样品号	Ag		Cu		Pb		Zn	
	测定值	推荐值	测定值	推荐值	测定值	推荐值	测定值	推荐值
GBW 07104	0.07	0.071	54	55	11	11.3	27	28
GBW 07401	0.39	0.35	22	21	101	98	689	680
GBW 07402	0.05	0.054	16	16.3	18	20	43	42
GBW 07310	0.22	0.27	21	22.6	25	27	75	78

从表 3 可见,标样分析结果误差明显小于现行规范(DZ/T 0130.4-2006)规定的误差限的要求,本方法适用于化探样品中银、铜、铅、锌的分析。

参考文献

- [1] 叶家瑜,江宝林 区域地球化学勘查样品分析方法[M].北京:地质出版社,2004 123—126
 [2] 山西地矿局 1:20 万化探扫面银铜铅锌的测试方法 分析样品预处理[J].地质实验室,1985,1(2):23—25

Determinations of Silver, Copper, Lead, Zinc in the Geochemistry Sample by FAAS

LU Dian-Li CHEN Zhan-Sheng^a CHEN Xue^a

(5th Unit of Hebei Geological Bureau, Tangshan, Hebei 063000, P. R. China)

^a(Gold Geological Institute of C.A.P.F., Langfang, Hebei 065000, P. R. China)

Abstract The sample resolves with the hydrofluoric acid, nitric acid, perchloric acid making into the HCl(1:9) aqua, in the air-C₂H₂ flames, in the water phase, the copper, zinc were detected simultaneously and directly, in the TOA-MBK extraction phase, silver, lead were determined simultaneously.

Key words FAAS, Ag, Cu, Pb, Zn