

FAAS 法测定硫酸中的铜、铁和锌

张万明 张林^① 罗茜 马金华 蒋中国
(西昌学院生化系 四川省西昌市 615022)

摘 要 采用火焰原子吸收光谱法测定硫酸中铜、铁和锌, 确定了最佳仪器工作条件和样品处理方法。在选择好的实验条件下, 测定铜的特征浓度为 $0.005\mu\text{g/mL}/1\%$; 铁的特征浓度为 $0.014\mu\text{g/mL}/1\%$ 吸收; 锌的特征浓度为 $0.002\mu\text{g/mL}/1\%$ 吸收。回收率分别为铜 97.7%—98.2%, 铁 98.2%—99.4%, 锌 96.8%—98.7%。

关键词 铜, 铁, 锌, 火焰原子吸收光谱法。

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2007)02-0142-03

1 前言

目前, 硫酸中铁的测定一般采用邻二氮菲光度法测定^[1]。而对铜和锌的测定方法较少。用光度法测定铁时显色条件要求较高, 方法虽然较好, 但分析操作繁琐, 笔者对硫酸测定的基础上^[2,3], 进一步采用 FAAS 法对铜锌等精矿焙烧生产硫酸中铜铁和锌的测定, 灵敏度高, 精密度较好, 方法简单^[4], 样品采用湿式消解法, 易掌握。用于各种硫化矿焙烧生产的硫酸中铜、铁和锌测定, 取得了满意的结果。

2 实验部分

2.1 主要仪器

WFX-1F2B2 型原子吸收分光光度计(北京第二光学仪器厂); 铜、铁、锌空心阴极灯(北京瑞利普光电器件厂)。

2.2 试剂

铁标准溶液: 用高纯三氧化二铁(99.99%) 配成 $100\mu\text{g/mL}$ 储备液, 用时稀释至 $20\mu\text{g/mL}$; 锌标准溶液: 用金属锌(99.99%) 配成 $100\mu\text{g/mL}$ 储备液, 用时稀释至 $2\mu\text{g/mL}$; 铜标准溶液: 用金属铜(99.999%) 配成 $100\mu\text{g/mL}$ 储备液, 用时稀释至 $5\mu\text{g/mL}$; 盐酸、硫酸均为优级纯, 实验用水为二次蒸馏水。

2.3 仪器工作条件

通过实验, 选定的工作条件见表 1。

① 联系人, 手机: (0) 13708148035; E-mail: xichang-zhanglin@163.com

作者简介: 张万明(1971—), 男, 重庆市大足县人, 硕士研究生, 研究方向无机及分析, 仪器分析, 化学化工分析。

张林(1964—), 男, 山西省神池县人, 高级实验师(副教授), 从事光谱分析, 极谱分析和化工分析方面。

罗茜(1970—), 女, 重庆市人, 硕士研究生, 从事有机功能团光谱学, 仪器分析工作。

收稿日期: 2006-01-13(接受日期: 2006-12-05)

2. 4 实验方法

取一定量的铜铁锌标准溶液于 100mL 容量瓶中, 加入 5mL (1+ 1) 盐酸, 用水稀释至刻度, 摇匀, 按仪器工作条件测定其吸光度。

表 1 仪器工作条件^①

元素	波长 (nm)	宽脉冲电流 (mA)	窄脉冲电流 (mA)	燃烧器高度 (mm)	燃气流量 (L/ min)	负高压 (V)	标尺扩展 (倍数)	积分时间 (s)
Cu	327. 4	4. 0	2. 0	6	1. 0	402. 3	5	2
Fe	248. 3	6. 1	4. 7	5	1. 5	391. 8	5	4
Zn	213. 9	2. 0	0. 8	8	1. 0	467. 8	5	2

① 空气流量 6. 0mL/ min; 光谱通带 0. 2nm。

3 结果与讨论

3. 1 条件试验

3. 1. 1 硫酸对测定的影响

在含有铜、铁和锌都是 0. 2μg/ mL 的 100mL 容量瓶中, 加入硫酸进行试验, 结果表明, 当硫酸量小于 2mL 时, 对铜、铁和锌的测定均无影响。

3. 1. 2 盐酸用量试验

按照实验方法, 加入不同量的 (1+ 1) 盐酸进行试验, 结果表明, 当加入 5—6mL 盐酸时, 铜、铁和锌的吸光度最大且稳定。

3. 1. 3 干扰离子的影响

硫酸中 75 倍的铁对铜、锌的测定无干扰现象。其他离子较少不干扰测定。

3. 1. 4 背景校正方法的选择

分别用无背景校正、自吸背景校正和氘灯背景校正进行测量, 结果表明用自吸背景校正的稳定性和加标回收率均好于其它方法, 选用自吸背景校正法。

3. 1. 5 样品处理方法的选择

分别采用直接取样、蒸至近干和蒸干后灼烧测定, 发现直接取样测定结果偏高, 蒸至近干和蒸干后灼烧的测定结果基本相同, 为此选用蒸至近干进行测定。

3. 2 样品测定

3. 2. 1 校准曲线和特征浓度

在 6 个 100mL 容量瓶中, 依次分别加入 5. 0μg/ mL 的铜标准溶液 1. 0、3. 0、5. 0、7. 0、9. 0、11. 0mL 20. 0μg/ mL 的铁标准溶液 1. 0、3. 0、5. 0、7. 0、9. 0、11. 0mL 和 2. 0μg/ mL 的锌标准溶液 1. 0、3. 0、5. 0、7. 0、9. 0、11. 0mL。按实验方法测定各溶液的吸光度, 结果见表 2。铜、铁、锌相关系数为 $r = 0. 9991$; $r = 0. 9997$; $r = 0. 9992$ 。

表 2 铜、铁、锌校准曲线的吸光度

Cu 浓度(μg/ mL)	0. 05	0. 15	0. 25	0. 35	0. 45	0. 55
吸光度	0. 025	0. 070	0. 112	0. 148	0. 195	0. 275
Fe 浓度(μg/ mL)	0. 2	0. 6	1. 0	1. 4	1. 8	2. 2
吸光度	0. 035	0. 111	0. 189	0. 267	0. 347	0. 429
Zn 浓度(μg/ mL)	0. 02	0. 06	0. 10	0. 14	0. 18	0. 22
吸光度	0. 039	0. 082	0. 155	0. 215	0. 267	0. 337

④ 取铜、铁和锌标准溶液按实验方法重复进行 10 次测定, 计算特征浓度, 结果分别为: 铜的特征

浓度 0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$ /1% 吸收; 铁的特征浓度 0.014 $\mu\text{g}/\text{mL}$ /1% 吸收; 锌的特征浓度 0.002 $\mu\text{g}/\text{mL}$ /1% 吸收。

3.2.2 分析步骤

准确称取硫酸试样 40.00g 于 100mL 烧杯中, 于电热板上加热蒸发至近干, 冷却后加入 5mL 浓盐酸加热溶解盐类, 冷却后移入 100mL 容量瓶中定容。准确吸取上述溶液 10mL, 按实验方法测定铜、铁、锌。

3.3 分析结果和精密度

对西昌锌冶炼厂康西铜业公司生产的硫酸, 按分析方法进行测定, 结果和方法的精密度见表 3。

表 3 硫酸样品分析结果和精密度						
元素	测得值			平均值	SD	RSD
	$(\mu\text{g}/\text{mL})$			$(\mu\text{g}/\text{mL})$		$(\%)$
Cu	2.11 $\times$ 3	2.05 $\times$ 4	2.18 $\times$ 3	2.11	0.057	2.69
Fe	25.9 $\times$ 3	26.0 $\times$ 3	26.4 $\times$ 4	26.13	0.24	0.90
Zn	0.56 $\times$ 6	0.59 $\times$ 2	0.52 $\times$ 2	0.558	0.023	4.21

3.4 加标回收率

在试样中加入一定量的铜、铁和锌标准溶液, 按样品分析方法进行测定, 结果见表 4。

表 4 加标回收率				
元素	原含量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 $(\%)$
Cu	10.5	20.0, 40.0, 60.0	29.8, 49.5, 69.2,	97.7—98.2
Fe	105.2	20.0, 40.0, 60.0, 80.0, 100.0	124.5, 143.3, 164.5, 183.1, 201.6	98.2—99.4
Zn	5.8	10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0	15.3, 24.5, 35.1, 44.6, 55.1	96.8—98.7

参考文献

[1] 中华人民共和国国家标准. 工业 硫酸[S]. GB 534-89, GB 11198. 1-11198. 15-89. 北京: 中国标准出版社, 1990. 7.
[2] 陶明, 张林. FAAS 法测定硫酸中的铁和锌[J]. 光谱实验室, 1998, 15(4): 105.
[3] 张林. 硫酸中铜的吸附催化波研究与应用[J]. 硫酸工业, 1993, 126(4): 19.
[4] 张林. 光谱-电化学法测定硫酸中铁和铅. 铜络合物吸附波极谱法测定硫酸中的铜[J]. 硫酸工业, 1994, 134(6): 14, 21.
[5] 范键编著. 原子吸收分光光度法[M]. 长沙: 湖南科技出版社, 1981.

Determination of Copper and Iron and Zinc in Sulphuric Acid by FAAS

ZHANG Wan-Ming ZHANG Lin LUO Xi MA Jin-Hua JIANG Zhong-Guo
(Department of Biological and Chemistry, Xichang College, Xichang, Sichuan 615022, P. R. China)

Abstract The amounts of copper, iron and zinc in sulphuric acid were determined by FAAS. The experimental conditions of instrument and sample digestion were optimized. The characteristic amounts are 0.005 $\mu\text{g}/\text{mL}$ /1% for copper, 0.014 $\mu\text{g}/\text{mL}$ /1% for iron, and 0.002 $\mu\text{g}/\text{mL}$ /1% for zinc. The recoveries are 97.7%—98.2% for copper, 98.2%—99.4% for iron, 96.8%—98.7% for zinc.

Key words Copper, Iron, Zinc, FAAS.