

FAAS法连续测定锌精矿中铜、铅、镉

王晓

(昆明云冶锌业股份有限公司 质监中心, 云南 昆明 650102)

摘要: 本方法提出了连续测定锌精矿中铜、铅、镉. 与测定铜、铅、镉的其它方法相比较, 该方法快速准确、可靠、提高了工效、节约了试剂, 可满足大批量锌精矿中铜、铅、镉的测定.

关键词: 原子吸收; 锌精矿; 铜; 铅; 镉

中图分类号: 657. 7+ 3 文献标识码: A 文章编号: 1007- 855X(2003) 05- 0177- 04

Flame Atomic Absorption Photometric Method to Determine Copper and Lead and Cadmium in Zinc Concentrate Successively

WANG Xiao

(Quality Control Center, Zinc Company, Ltd., Yunnan Smelting Plant, Kunming, 650102, China)

Abstract: The flame atomic absorption photometric method is proposed to successively determine copper, lead, cadmium in zinc concentrate. Compared with other methods, the proposed method is more accurate, more reliable, and more efficient. Also, it can save determination paper and satisfy the need of the massive determination of copper, lead, cadmium in zinc concentrate.

Key words: atomic absorption; zinc concentrate; copper, lead; cadmium

0 引言

锌精矿通常要求分析锌、硫、铁、二氧化硅、铅、铜、砷、镉、氟、锡、锑、银、钙和镁等 14 种组分. 本文提到的铜、铅、镉的含量是衡量锌精矿品位及计价的依据之一, 其结果用于指导产品生产. 铜的测定方法可采用氨底液极谱法、DDTC 吸光光度法、碘量法及铜试剂铅盐吸光光度法测痕量铜等; 铅的测定方法可采用 EDTA 滴定法、盐酸底液极谱法、氯化钙底液极谱法、乙酸钠底液极谱法磷酸底液极谱法、柠檬酸钠底液极谱法等; 镉的测定方法可采用氨性底液极谱法、稀硫酸底液极谱法、盐酸二氯化锌底液极谱法、吡罗红 G 吸光光度法等. 这些分析方法是将铜、铅、镉分别处理及测定, 劳动强度大、时间长、试剂消耗较大. 根据各元素的共性和个性, 利用火焰原子吸收分光光度法方法简单快速、灵敏度高、检出限低的优点, 将锌精矿中的铜、铅、镉连续测定. 实验证明, 此方法快速、准确、可靠、提高了工效、节约了试剂, 可满足大批量锌精矿中铜、铅、镉测定.

1 试验部分

1. 1 主要试剂

- 1) 10% 硫脲溶液.
- 2) (1+ 1) 盐酸.
- 3) 铜标准储备液.

称取 1. 000 g 金属铜($\geq 99. 95\%$) 于 200 mL 烧杯中, 加入 20 mL 硝酸(1+ 1) 加热, 溶解, 煮沸, 驱除氮的氧化物, 取下, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 此溶液 1 mL 含 1 mg 铜.

收稿日期: 2003- 06- 09.

第一作者简介: 王晓(1964. 9~), 女, 工学学士, 工程师; 主要研究方向: 原子吸收分光光度计的应用.

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

4) 铅标准储备液.

称取1.000 g金属铅($\geq 99.99\%$)于200 mL烧杯中,加入20 mL硝酸(1+2)加热,溶解,煮沸,驱除氮的氧化物,取下,冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含1 mg铅.

5) 镉标准储备液.

称取1.000 g金属镉($\geq 99.95\%$)于200 mL烧杯中,加入20 mL硝酸(1+1)加热,溶解,煮沸,驱除氮的氧化物,取下冷却,移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含1 mg镉.

6) 混合母液.

配制—2 mg/mL Pb, 0.5 mg/mL Cu、Cd 溶液于100 mL量瓶中.称取5.000 g金属锌于200 mL烧杯中加入20 mL盐酸,待激烈反应停止后,加热至完全溶解,取下冷却,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液1 mL含锌50 mg.

1.2 仪器

WFX-130型原子吸收光谱仪,附铜、铅、镉空心阴极灯.

1.3 仪器工作条件

仪器工作条件如表1所示.

表1 仪器工作参数

元素	波长 /nm	灯电流 /mA	狭缝参数 /mm	观察高度 /mm	乙炔流量 /L·min ⁻¹	空气流量 L·min ⁻¹
铜	324.7	2	0.2	6	7.0	1.0
铅	283.3	2	0.2	6	7.0	1.0
镉	228.1	2	0.2	6	7.0	1.0

1.4 试验方法

移取5 mL混合母液于100 mL容量瓶中,加入5 mL 10% 硫脲溶液、5 mL(1+1)盐酸,以水定容,混匀,使用空气、乙炔火焰原子吸收光谱仪波长324.7 nm、283.3 nm、228.8 nm处以水调零,分别测量铜、铅、镉的吸光度.

2 分析方法

2.1 分析步骤

称取0.250 0 g试样于200 mL烧杯中(随同试样做空白试验),加15 mL盐酸,低温加热溶解,并煮沸10 min,驱赶硫化物,加约3 mL硝酸,继续加热溶解,并蒸至近干,取下冷却,加入5 mL盐酸(1+1) 5 mL 10% 硫脲溶液,加热溶解盐类,取下冷至室温,移入100 mL容量瓶中,以水定容,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长324.7 nm、283.3 nm、228.8 nm处以水调零,分别测量铜、铅、镉的吸光度,减去随同试样空白的吸光度,从工作曲线上查出相应元素的浓度.

2.2 工作曲线的绘制

1) 移取0.250, 3.50, 4.50, 5.50, 6.50, 7.50, 8.50, 9.50 mL铅标准溶液(mg/mL),移取0.050, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00, 3.50, 5.50 mL铜标准液(mg/mL),移取0.025, 0.75, 1.25, 1.75, 2.25, 2.50, 3.50, 4.50 mL镉标准液(mg/mL)于一组100 mL容量瓶中,分别加入5 mL 10% 硫脲溶液、5 mL(1+1)盐酸,以水稀释至刻度,混匀.

2) 在与试样测定的相同条件下,测定标准溶液系列铅、铜、镉吸光度,减去标准溶液中零浓度吸光度,分别以铅、铜、镉的浓度为横坐标、吸光度为纵坐标绘制工作曲线.

3 结果与讨论

3.1 介质的影响

通过对盐酸、硫酸、硝酸、磷酸介质的试验,发现盐酸、硝酸介质对测定结果影响较小.为了便于操作,选用盐酸介质.

1) 试验方法,改变10% 硫脲的量,结果见表2.

以表2数据可看出硫脲在3~7 mL结果稳定.为防止氯化银沉淀的产生,故选择10% 硫脲5 mL为宜.

2) 按试验方法,改变(1+1)盐酸的用量,结果见表3;

以表 3 数据可看出 5 mL 10% 硫脲中(1+1) 盐酸在 3~ 7 mL, 结果稳定. 故介质选择 5 mL(1+1) 盐酸为宜.

表 2 不同量硫脲试验

元 素	吸光度					
	硫脲含量/mL					
	0	2	3	5	7	10
铜	0.292	0.291	0.293	0.293	0.292	0.286
铅	0.253	0.250	0.253	0.253	0.251	0.250
镉	0.385	0.387	0.385	0.385	0.382	0.380

表 3 不同量盐酸试验

元 素	吸光度					
	盐酸含量/mL					
	0	2	3	5	7	10
铜	0.291	0.293	0.293	0.293	0.293	0.292
铅	0.248	0.250	0.251	0.253	0.253	0.253
镉	0.385	0.385	0.385	0.385	0.386	0.388

3.2 共存元素的影响

锌基体 30% ~ 70%、铁 30%、硅 20%、砷 2%、锑 0.4% 及少量锰、钙、镁、钴、镍、锆对测定 Cu, Pb, Cd 不产生影响.

3.3 标准线性

按照试验条件, 加入不同量的 Pb, Cu, Cd 标准溶液为横坐标, 吸光值 A 为纵坐标绘制工作曲线, 如图 1、图 2、图 3.

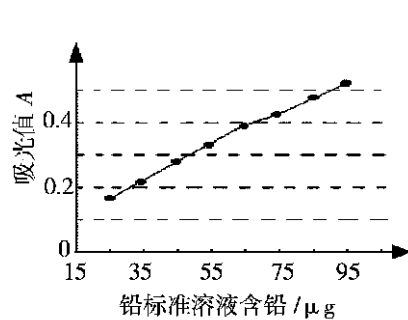


图 1 用铅标准溶液的工作曲线

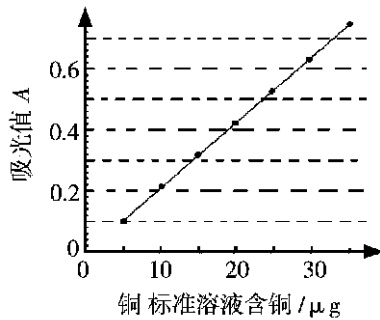


图 2 用铜标准溶液的工作曲线

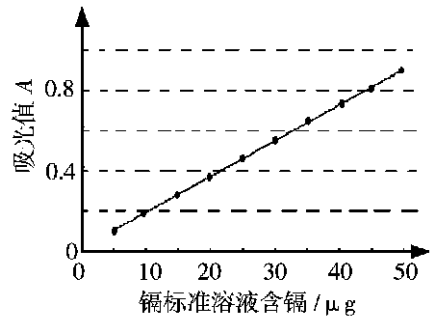


图 3 用镉标准溶液的工作曲线

3.4 回收率试验

称取同一试样 3 份, 按试验方法处理后, 加入一定量的 Cu, Pb, Cd, 进行回收试验. 如表 4、表 5、表 6.

表 4 铜回收试验数据

试样号	分析结果/%	试样含铜量/μg	加入铜量/μg	测得铜量/μg	回收率/%
1	1.05	52.7	10	62.31	96.1
2	1.05	52.7	20	71.65	94.1
3	1.05	52.7	25	76.65	95.8

表 5 铅回收试验数据

试样号	分析结果/%	试样含铅量/μg	加入铅量/μg	测得铅量/μg	回收率/%
1	3.34	167.77	10	177.34	95.7
2	3.34	167.77	20	186.81	95.2
3	3.34	167.77	25	191.77	96.0

表 6 镉回收试验数据

试样号	分析结果/%	试样含镉量/μg	加入镉量/μg	测得镉量/μg	回收率/%
1	0.0179	0.866	1.0	1.86	99.4
2	0.0179	0.866	2.0	2.89	101
3	0.0179	0.866	2.5	3.36	99.7

3.5 精密度试验

称取同一样品7份,按试验方法处理后,进行精密度实验,并与传统方法对照.如表7.

表7 精密度考核数据($n=7$)

元素	现分析结果	S/%	RSD/%	传统
铜	1.05	0.013 3	1.27	1.05
铅	3.34	0.022 5	0.66	3.31
镉	0.69	0.007 5	1.09	0.70

参考文献:

- [1] 柯以侃,董慧茹.分析化学手册(第二版,第三分册):光谱分析[M].北京:化学工业出版社,1998.332~443.
- [2] 符斌.有色金属工业分析丛书(3):重金属冶金分析·锌合金分析[M].北京:冶金工业出版社,2001.168~254.
- [3] 王玲玲等.常用统计学方法[M].上海:华东师范大学出版社,1994.107
- [4] 邱海鸥等.原子吸收及原子荧光光谱分析[J].分析实验室,2002,(1):101.
- [5] 黄沛成等编著.化验员读本(下册):仪器分析(第三版)[M].北京:化学工业出版社,1998.191~237.
- (上接第173页)
- [9] 武汉材保所等.铝合金中微量锌的测定[J].理化检验(化学),1980,16(3):600.
- [10] 蔡莉敏.铜合金中铅锌二甲酚橙光度法测定[J].理化检验(化学),1983,19(1):52.
- [11] 许敬修.谈继红镁合金中微量锌的二甲酚橙比色法[J].理化检验(化学),1983,19(5):55.
- [12] 刘绮洪.锌的甲基百里酚蓝光度测定法[J].理化检验(化学),1984,20(6):43.
- [13] 晋勇.离子交换分离后二溴苯基荧光酮-溴化十六烷基三甲铵分光光度法测定铝合金中微量锌[J].分析实验室,1988,7(11):9~11.
- [14] 冯泳兰,邝代治.水杨基荧光酮与锌显色反应及应用[J].岩矿测试,1997,16(1):78~79.
- [15] 刘绍璞,刘忠芳.硫氰酸锌络阴离子与碱性三苯甲烷染料在水溶液中的显色反应[J].化学试剂,1982,4(1):20~23.
- [16] 曾茂松.电解镍溶液中微量锌的测定[J].理化检验(化学),1983,19(3):27~36.
- [17] 晏奋扬等.孔雀绿测定铝合金中微量锌的研究[J].理化检验(化学),1979,15(4):22~23.
- [18] 赵中一,韦朝海.硫氰酸锌络阴离子与亮绿在水相中的显色反应[J].分析化学,1985,13(3):215~217.
- [19] 罗大莉,李淑文.微量锌测定方法研究及应用[J].四川化工与腐蚀控制,1999,2(4):38~40.
- [20] 李士和等.超高灵敏度显色反应测定痕量锌的研究[J].分析实验室,1991,10(6):77~78.
- [21] 黄选忠.双硫脲水相光度法测定微量锌[J].理化检验(化学),1992,28(5):290~291.
- [22] 奚干卿,杨桂法.1-(2-吡啶基)-5-苯基-3-(2-咪唑基)甲基分光光度法测定锌[J].冶金分析,1985,5(3):7~10.
- [23] 冯亚平,俞汝勤.用HPCPF-Trion X-100析相法测定痕量锌[J].分析化学,1983,11(10):756~758.
- [24] 陈炳荣,熊采华. $\alpha, \beta, \gamma, \delta$ -四(对磺基苯)卟啉分光光度法测定矿石中微量锌[J].分析化学,1985,13(9):695~697.
- [25] 虞乃而,潘教麦.用新卟啉显色剂-meso-四-(3,5-二溴-4-羟基苯)卟啉光度法测定微量锌的研究[J].理化检验(化学),1989,25(3):135~137.
- [26] 陈秀华等.5,10,15,20-四(2-羟基-5-磺酸苯基)卟啉光度法测定水中痕量锌的研究[J].化学试剂,1990,12(3):143~145.
- [27] 余建平.铝合金中微量锌的比色测定[J].分析化学,1981,9(3):308~309.