

火焰原子吸收法测定粗铜中银的应用研究

陶 明

(西昌学院 生化系, 四川 西昌 615022)

【摘 要】 本文建立了用硝酸-硫酸预处理除去大量的铜, 王水溶解, 火焰原子吸收法测定粗铜中银的分析方法。研究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, 测定的精密密度达到2%以下。与国家标准分析方法进行对照, 结果无显著性差异。

【关键词】 银; FAAS; 粗铜

【中图分类号】 O657.31 **【文献标识码】** A **【文章编号】** 1673-1891(2005)03-0067-02

1 前言

对于粗铜中银的测定, 国家标准方法是利用火试金法进行金银连测^[1]。采用原子吸收法测定银的方法也有较多的报道^[2,3]。但对于粗铜中银的测定, 则未见到有用原子吸收法进行测定的。本文在建立了用原子吸收法测定粗铜中金^[4]的方法的基础上, 经进一步研究, 确定了在测定粗铜中金的同时, 一次溶样连续用原子吸收法测定粗铜中银的分析方法。利用此法对多个样品进行分析, 其结果与国家标准分析方法进行比较无显著性差异。

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);

银空心阴极灯(北京第二光学仪器厂)。

2.2 试剂

银标准储备溶液: 称取0.1000g纯银(99.99%)置于100ml烧杯中, 加入10ml浓硝酸, 加热至完全溶解, 煮沸驱除氮氧化物, 取下冷却, 用不含氯离子的蒸馏水移入100ml棕色容量瓶中, 用不含氯离子的蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。得含银为1.000mg/mL的储备液。用时稀释至100.0ug/mL;

硝酸、硫酸、氯化钠均为分析纯试剂; 所用水为二次蒸馏水; 滤纸为慢速定量滤纸; 王水: 用时新配。

2.3 仪器工作条件的选择

通过实验, 确定的仪器最佳工作条件见表1:

表1 仪器测定条件

波长(nm)	灯电流(mA)	燃烧器高度(mm)	燃气流量(mL/min)	空气流量(mL/min)	光谱带宽(nm)
328.1	3.0	6.5	0.8	6.0	0.4

2.4 实验方法

取1mL银标准溶液于100mL容量瓶中, 加入25mL(1+1)盐酸, 用水稀释至刻度, 摇匀, 按测定条件测定其吸光度。从而选定最佳仪器工作条件。

2.5 样品处理方法

称取20.000g粗铜样品于1000mL烧杯中, 加入80mL(1+1)硝酸, 至反应平静后, 加入60mL浓硫酸, 加热蒸发至糊状。冷却后加入500mL水, 20mL1%

NaCl和四分之一张滤纸的滤纸浆, 煮沸10分钟, 取下摇动烧杯, 用水冲洗表面皿和杯壁, 稍冷后用两层慢速定量滤纸过滤。用水洗涤滤渣至无色。将滤纸和滤渣放回原烧杯中, 加入20mL浓王水, 微热30分钟。将溶液全部转入100mL容量瓶中, 稀释至刻度, 干过滤。然后取中间的滤液0.5mL于100mL容量瓶中, 加入25mL(1+1)盐酸, 用水稀释至刻度, 摇匀, 按测定条件测定。

收稿日期: 2005-07-20

作者简介: 陶 明(1961-)男, 副教授。

3 结果与讨论

3.1 条件试验

3.1.1 盐酸用量试验 在测定银含量时，银是以络离子形式存在的，加入盐酸的多少对测定要产生较大的影响。试验表明，当测定溶液中加入(1+1)盐酸量为15mL、20mL、25mL、30mL时，测定结果准确且稳定，本方法采用加入(1+1)盐酸25mL。

3.1.2 测定方式的选择 分别试验了无背景校正、自吸背景校正、氘灯背景校正三种测定方式，其结果

无明显差别，所以测定中采用无背景校正法。

3.2 样品测定

3.2.1 校准曲线 取9个100mL容量瓶，分别加入100.0ug/mL的银标准溶液0.0、0.2、0.5、0.7、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL，各加入25mL(1+1)盐酸，按测定条件测定吸光度。所得回归方程为： $A=0.2041C$ (C为每mL测定液中所含银的ug数)。相关系数为： $R=0.9986$ 。

3.2.2 分析结果 取两个粗铜样品1、2号按分析方法进行测定，并与按国家标准分析方法测定的结果进行对比，结果见表2。

表2 样品分析结果

样品编号	本方法(g/t)	国家标准方法(g/t)	相对误差(%)
1	1234.4	1298.9	-4.9
2	933.9	905.5	3.1

3.2.3 方法的精密度 用1、2号样品分别进行10次测定，结果见表3。

表3 方法的精密度

样品编号	测得值					平均值	SD	RSD(%)
1	1234.6	1253.6	1248.6	1210.2	1221.6	1234.4	24.86	2.0
	1240.2	1286.4	1220.1	1198.5	1230.5			
2	935.6	924.5	948.2	923.6	936.4	933.9	8.12	0.9
	945.6	941.2	920.6	926.2	936.8			

参考文献:

- [1] GB/T 5120-1995
- [2] 吕敏丽. 原子吸收光谱法测定锑样品中银[J]. 理化检验—化学分册, 2004, 40(12):734.
- [3] 梁志伟,王立新,杨雪梅.在氨性介质中原子吸收法测定金精矿中的银和铜[J].黄金, 2004, 25(4):49~50.
- [4] 陶明,陈波. FAAS法测定粗铜中的金[J].光谱实验室.

Determination of Silver in Blister Copper by AAS

TAO Ming

(Department of Chemistry Xichang College, Xichang 615022, Sichuan)

Abstract: This article establishes aqua fortis—sulphuric acid decompose method which carry out former treatment the samples were decomposed with aqua regia, flame atom absorbance analyse silver in blister copper. The working parameters of instrument are determined. A method of sample decomposition is established. Under experimental conditions, the relative standard deviation is no more than 2%. The result by this method agreed well with the result of GB standard method.

Key words: Silver; FAAS; Blisfer copper