

沉淀分离-火焰原子吸收光谱法
连续测定锌精矿中杂质元素^①

张永康^② 姚 俊 许德政 度 永 黄丽平
湖南吉首大学化学系 吉首 416000

摘要 利用 $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 的两性沉淀富集待测杂质元素,分离高含量 Zn 以排除干扰,用火焰原子吸收法测定其中的杂质元素含量。实验结果表明:分离后残留的 Zn 对 Fe 、 Cd 、 Ni 、 Mn 、 Ag 的测定无干扰;各元素之间互不干扰。加标回收率为 93%~106%,对菱锌矿中几种杂质元素进行测定,结果与 ICP-AES 法相符,各元素测定的相对标准偏差($n=12$)为 4.1%~8.8%。

关键词 火焰原子吸收法 (FAAS) 锌精矿 铁 镍 镉 锰 银

用原子吸收光谱法测定锌精矿中主要杂质元素 Fe 、 Cd 、 Ni 、 Mn 、 Ag 时,因高含量 Zn 的存在,常在标样中加入与试样同等量的 Zn 绘制工作曲线,以使标样和试样的干扰大体相同,但 Zn 对这些元素的干扰仍无法避免^[1]。本文利用 $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 的两性,调整 pH 大于 13,此时大量的 Zn 进入溶液中^[2],过滤分离试液后,在沉淀中测定杂质元素,沉淀中残留的 Zn 对被测元素的测定已无干扰,被测定的各元素间也互不干扰。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂

GFU-202B 型原子吸收光谱仪。

Fe 、 Cd 、 Ni 、 Mn 、 Ag 的标准储备液:1 g/L。按常规方法配制,1 mol/L HNO_3 介质,10 mg/L 的工作液由储备液逐级稀释而成,保持 1 mol/L 的 HNO_3 介质。

水为去离子水经亚沸蒸馏器二次蒸馏。

1.2 仪器工作条件的选择

优选的仪器最佳工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件^①

待测元素	波长 (nm)	增益 (V)	R:S 平衡
Fe	248.3	280	3:50
Cd	228.8	230	4:60
Ni	232.0	300	5:40
Mn	279.5	220	4:30
Ag	328.1	170	4:28

① 各待测元素相同条件:狭缝 0.2 mm,灯电流 4.0 mA
乙炔流量 1.9 L/min,空气流量 7.2 L/min。

1.3 工作曲线绘制

配制各元素的系列标准溶液,测定吸光度,绘制工作曲线,如图 1 所示。

2 结果与讨论

2.1 分离 Zn 的酸度试验及测定液酸度

取菱锌矿 0.5000 g 进行试验,结果(表 2)表明,当试液 pH 调节至大于 13 时, $\text{Zn}(\text{OH})_2$ 几乎完全转变成了 ZnO_2^{2-} 进入了溶液,此时沉淀中 Zn 小于 10 mg/L,故本实验选择了 pH 大于 13 的分离条件。

① 湖南省教委自然科学基金资助课题(编号 9352)。
② 张永康 男,副教授,从事光谱分析教学及研究工作。

实验表明,1~4 mol/L 的 HNO₃ 介质对测定 Cd、Ni、Mn、Ag、Fe 均无影响。本法选取在 1~2 mol/L 的 HNO₃ 介质中进行杂质元素的测定。

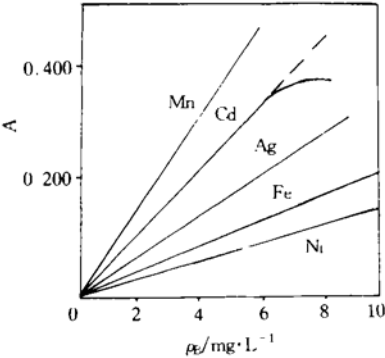


图 1 工作曲线

表 2 pH 对残留 Zn 量的影响

pH	残留 Zn (mg/L)	pH	残留 Zn (mg/L)
<11.0	>900	12.6	21.2
12.0	57.0	12.8	10.0
12.2	31.3	13.0	5.6
12.4	22.8	13.5	未检出

2.2 共存离子的干扰

本文根据矿样的组成,实验了样品中含量较高的 Fe 对 Mn、Ni、Ag、Cd 的干扰;残留的 Zn、Pb 对 5 种被测元素的干扰;被测元素间相互干扰。结果表明,50 倍量的 Fe 对 Mn、Cd,500 倍量的 Fe 对 Ag,10 倍量的 Fe 对 Ni 无干扰,60 倍量的 Pb、30 倍量的 Zn 对 Mn、Ni、Ag、Cd 的测定均无干扰。10 倍量的 Zn、20 倍量的 Pb 对 Fe 的测定有干扰,而试样经本法处理后,残留的 Zn、Pb 均小于 10 mg/L,对试样中的 Fe 测定无干扰。Mn、Ni、Ag、Cd 之间无干扰。

3 样品测定及结果

3.1 试样预处理

准确称取 0.5000 g 矿样于锥形瓶中,加

入 10 mL 浓 HNO₃ 逐渐升温加热溶解并蒸至近干,再加入 8 mol/L HNO₃ 5 mL 溶解残渣,加热至近干,冷却。用 6 mol/L NaOH 调整 pH>13,过滤,用 0.25 mol/L NaOH 洗涤沉淀多次,再用 10 mL 浓 HNO₃ 溶解,加热至近干,补加 5 mL 浓 HNO₃,在 100 mL 容量瓶中定容。在制备液中直接测定 Ni、Mn、Ag;另外分取 5 mL 制备液于 25 mL 容量瓶中,补加 1.50 mL 浓 HNO₃,用水稀释至刻度,测定 Fe 和 Cd。

3.2 分析结果

取菱锌矿用不同方法进行测定,同时做本法的倍比实验,其结果见表 3。

表 3 倍比实验及方法结果对照 $w_B/10^{-2}$

待测元素	本法(标准曲线法)		标准加入法	ICP-AES 法
	0.50 g 样品	1.00 g 样品		
Fe	1.12	1.12	1.11	1.10
Cd	0.18	0.19	0.18	0.20
Ni	0.12	0.12	0.12	0.12
Mn	0.025	0.026	0.021	0.024
Ag	0.0037	0.034	0.033	0.0034

3.3 样品加标回收实验及精密度实验

取 0.1000 g 菱锌矿样品,加标后按试样分解步骤及仪器最佳操作条件对加标样品溶液中待测元素含量进行测定,计算回收率。

将同一样品进行 12 次平行测定,计算相对偏差。

各项实验结果(表 4)表明,本法可行。

表 4 加标回收及精密度实验

元素	样品中含量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	RSD (n=12, %)
Fe	1120	1000	2183	106.3	4.1
Cd	180	200	365	92.5	5.7
Ni	120	100	220	100.0	6.5
Mn	25	30	55.5	101.7	8.1
Ag	3.7	5	8.49	95.8	8.8

4 参考文献

学出版社.1982,146.

1 朱明华.仪器分析.北京:高等教育出版社.1983.203.

2 中南矿冶学院分析化学教研室.化学分析手册.湖南:科

〈收稿日期:1994-11-02,修回日期:1995-12-15〉

Determination of Impurity Elements in Zinc Concentrates by FAAS

Zhang Yongkang, Yao Jun, Xu Dezheng, Tuo Yong, Huang Liping

(Department of Chemistry, Jishou University, Jishou, 416000)

The amphoteric character of $\text{Zn}(\text{OH})_2$ is used in matrix separation and impurity preconcentration in zinc concentrates analysis. Impurities of Fe, Cd, Ni, Mn and Ag are then determined by FAAS. The recoveries of standard addition for these impurities are 93% ~ 106%. The results obtained in simthsonite samples are in good agreement with those obtained by ICP-AES with precision of 4.1% ~ 8.8% RSD ($n = 12$) for different elements.

Key words: flame atomic absorption spectrometry(FAAS), zinc concentrate, impurity