

文章编号: 1003—7837(2003)01—0073—03

# 原子吸收分光光度法测定磷酸锆银钠中的银

陈 小 兰

(广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510651)

**摘 要:** 先用硝酸+氢氟酸溶解磷酸锆银钠样品, 再加氨水(1+1)使其转换成氨性溶液, 然后用原子吸收分光光度法测定磷酸锆银钠中的银。本法测定结果与火试金法测定结果一致, 相对标准偏差小于0.37%, 回收率大于95%。

**关键词:** 磷酸锆银钠; 银; 原子吸收分光光度法

**中图分类号:** O657.31, TG115.3+35 **文献标识码:** A

磷酸锆银钠是人工合成的一种抗菌剂, 具有消炎、杀菌的作用。由于测定磷酸锆银钠中的银没有现成的方法可依, 于是对溶样条件、测定介质等进行了研究, 确定了在硝酸+氢氟酸体系中溶样, 然后转成氨性溶液, 用原子吸收分光光度法测定磷酸锆银钠中银的方法。

## 1 试验部分

### 1.1 主要试剂与仪器

硝酸(A. R.), 氢氟酸(A. R.), 氨水(A. R.).

系列银氨性标准溶液(0~10.0 mg/L).

PE—3030 原子吸收分光光度计(银空心阴极灯, 波长 328.1 nm、灯电流 12 mA、狭缝宽度 0.7 nm、乙炔流量 0.5 L/min、空气流量 4 L/min).

### 1.2 分析方法

称取 0.2000 g 磷酸锆银钠样品, 放入聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 硝酸、3 mL 氢氟酸, 然后置于电炉上加热至试样全部溶解, 并蒸至近干。冷却后, 加入(1+1)氨水 40 mL 煮沸, 冷却后移入 200 mL 容量瓶, 澄清后, 分取 5 mL, 置于 50 mL 容量瓶, 用体积分数为 10% 的氨水稀释至刻度, 用 PE—3030 原子吸收分光光度计测定溶液中的银。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶样条件

分别用硝酸和硝酸+氢氟酸作为溶剂进行溶样试验, 结果见表 1。从表 1 可以看出, 仅用

收稿日期: 2002—12—18

作者简介: 陈小兰 (1966—), 女, 广东高州人, 高级工程师, 学士。

硝酸溶样,不能完全溶解试样,测定结果严重偏低;加入氢氟酸后试样完全溶解,化合银转化成银离子进入溶液.

表 1 不同溶样条件下银的测定结果<sup>1)</sup>

Table 1 Determination results of silver in the different sample-dissolving conditions

溶样条件	测得 Ag 含量 w/%	平均值 w/%
硝酸	1.31,1.47,1.51,1.35,1.41	1.41
硝酸+氢氟酸	4.47,4.49,4.50,4.48,4.51	4.49

注:1)火试金法测定结果:4.48%.

2.2 介 质

选择适当的测定介质是一个关键因素.原子吸收测定银的介质通常有三种:(1)HNO<sub>3</sub>(1+19);(2)HCl(1+9);(3)NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O(1+9),但由于该试样的银含量较高,NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O能把银完全络合成Ag(NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub><sup>+</sup>,所以选择第3种介质NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O,即φ为10%的NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O作为测定介质.

2.3 干扰试验

当加入氨水时,Zr<sup>4+</sup>可形成氢氧化锆沉淀或磷酸锆沉淀而被除去.剩余少量的Zr<sup>4+</sup>,F<sup>-</sup>,PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>均不干扰测定.

为了考察沉淀物是否吸附银离子,进行了试样加标回收试验,结果列于表2.从表2可知,银的回收率在95%以上,表明沉淀物不吸附银离子.

表 2 回收试验结果

Table 2 Results of recovery test

磷酸锆银钠试液 (5.0 mL)	试样含 Ag 量 /μg	加入标准量 /μg	测定量 /μg	回收率/%
1 号	245.5	25.0	270.0	98.0
2 号	224.5	25.0	248.5	96.0

2.4 试样分析

用原子吸收分光光度法分析试样,结果列于表3.从表3可知,本法相对标准偏差小于0.37%,精密度较高.

表 3 试样分析结果

Table 3 Analysis results of the samples

磷酸锆银钠试样	测得 Ag 含量 w/%	平均值 w/%	相对标准偏差/%
1 号	4.47,4.49,4.50,4.48,4.51	4.49	0.35
2 号	4.40,4.42,4.43,4.41,4.42	4.42	0.28
3 号	3.32,3.33,3.35,3.34,3.33	3.33	0.37

## 2.5 方法对照

用原子吸收分光光度法与火试金法分析试样所得结果列于表4。由表4可知,原子吸收分光光度法测定的结果与火试金法一致。

表4 原子吸收分光光度法与火试金法测定结果的比较  
Table 4 Comparison between results from atomic absorption spectrophotometry and fire assaying  $w/\%$

磷酸锆银钠试样	原子吸收分光光度法	火试金法
1号	4.49	4.48
2号	4.42	4.40
3号	3.33	3.34

## 3 结 论

先用硝酸+氢氟酸溶解磷酸锆银钠,再加入(1+1)氨水使其转换成氨性溶液,然后用原子吸收分光光度法测定磷酸锆银钠样品中的银。本法测定速度快,准确度高,结果与火试法测定结果一致,相对标准偏差小于0.37%( $n=5$ ),回收率大于95%。

### 参考文献:

- [1] 蔡树型,黄超. 贵金属分析[M]. 北京:冶金工业出版社,1984. 258—260.

## Determination of silver in $\text{Ag}_x\text{Na}_y\text{H}_{1-x-y}\text{Zr}_2(\text{PO}_4)_3$ by atomic absorption spectrophotometry

CHEN Xiao-lan

(Analytical and Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

**Abstract:**  $\text{Ag}_x\text{Na}_y\text{H}_{1-x-y}\text{Zr}_2(\text{PO}_4)_3$  is firstly dissolved into nitric acid and hydrofluoric acid, then ammonia water(1+1) is added to convert the resultant into ammoniac solution. Finally the silver from  $\text{Ag}_x\text{Na}_y\text{H}_{1-x-y}\text{Zr}_2(\text{PO}_4)_3$  is determined by atomic absorption spectrophotometry. The results from this method are in conformity with those from the fire assaying, with the relative standard deviation less than 0.37% and the recovery over 95%.

**Key words:**  $\text{Ag}_x\text{Na}_y\text{H}_{1-x-y}\text{Zr}_2(\text{PO}_4)_3$ ; silver; atomic absorption spectrophotometry