

文章编号:1003-7837(2004)02-0154-03

原子荧光光谱法测定铜矿样中的砷

叶 林

(江门出入境检验检疫局技术中心,广东 江门 529000)

摘 要:用原子荧光光谱法可快速测定铜矿样中的砷,且基体铜干扰小。本法与 DDTC 银比色法所测结果相吻合。本法操作简单、检测快速,回收率为 99.9%~100.6%,相对标准偏差小于 2.0%。

关键词:原子荧光光谱法;铜矿样;砷

中图分类号:TQ014;TQ126.4 文献标识码:A

铜矿样中砷的含量直接影响到电解铜的质量,因此准确、快速地分析铜矿样中砷的含量就显得特别重要。与比色法和滴定法相比,采用氢化物发生-原子荧光光谱法测定铜矿样中的砷,其操作方法简单、分析速度快、分析精度高。

1 实验部分

1.1 主要仪器及试剂

AFS-230 型原子荧光光谱仪(北京海光仪器公司)。

蒸馏水;砷标准原液(100 mg/L);溴(A.R.);硫酸(A.R.);砷标准应用液(1 mg/L)(1 mg/L);准确移取砷标准原液 1 mL 定容到 100 mL;王水;盐酸(A.R.)和硝酸(A.R.)的体积比为 3:1;抗坏血酸-硫脲混合液:称取 5 g 抗坏血酸和 5 g 硫脲于 150 mL 烧杯中,再加入 100 mL 蒸馏水溶解,现用现配;盐酸溶液:体积分数 5%;硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 2 g 硼氢化钾(A.R.)溶于 100 mL 0.01 mol/L KOH 溶液中,现用现配;砷标准系列:分别吸取砷标准应用液 0.05、0.10、0.20、0.40、0.60、1.00、1.50、2.00、2.50 mL(或 0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、3.50、4.00、4.50 mL)于 100 mL 容量瓶中,各加 10 mL 抗坏血酸-硫脲混合液,用 $\varphi=5\%$ 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。

1.2 分析步骤

1.2.1 溶 样

称取 $w(\text{As}) < 0.0025\%$ 的样品 0.2000 g, $w(\text{As}) \geq 0.0025\%$ 的样品 0.1000 g,分别置于 150 mL 烧杯中,加入 15 mL 王水,微热数分钟,取下,然后加入少许溴,置于电炉上挥发几分钟,再加热蒸至体积约 3 mL,取下冷却,加入 1 mL 浓 H_2SO_4 冒浓烟蒸至近干,用 $\varphi=5\%$ 盐酸溶解,最后移置到 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 抗坏血酸-硫脲混合液,用 $\varphi=5\%$ 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀,放置 10 min,备用。随同试样做空白试验。

1.2.2 样品测定

开机并设定好仪器条件,预热稳定约 20 min,待空白值读数稳定后开始测量。由断续流动装置泵入标液或试液(含载液)、硼氢化钾溶液,在反应块中进行混合反应,产生的砷化氢气体,由载气(氩气)送入石英原子化器中分解为原子态砷,在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,测量荧光强度,用标准曲线法进行定量。

1.2.3 仪器工作条件

灯电流 70 mA;负高压 260 V;原子化温度 200℃;原子化器高度 8.0 mm;载气流量 300 mL/min;屏蔽气流量 700 mL/min;读出时间 12.0 s;读数延迟时间 1.0 s;硼氢化钾溶液加入时间

5 s ,进样体积 0.5 mL ,读出方式 :峰面积 测定方式 :标准曲线法 .

2 结果与讨论

2.1 离子干扰试验

表 1 基体铜干扰的试验结果

Table 1 Results for interference experiment of base copper									
加入纯铜量/mg	10	30	50	70	100	300	500	700	1000
10 μ g 砷测定结果/ μ g	10.01	10.03	10.01	9.97	9.89	8.73	8.17	6.42	6.15

2.1.2 共存离子的干扰

铜矿样的主要杂质为 Pb ,Zn ,Ag ,其干扰试验结果列于表 2 .

表 2 共存离子干扰

Table 2 Interference from coexisting ions				
共存离子	加入砷量/ μ g	共存离子加入量/ μ g	测得砷/ μ g	回收率/%
Pb ²⁺	10	100	10.15	101.5
Zn ²⁺	10	50	10.02	100.2
Ag ⁺	10	50	9.98	99.8

2.1.1 基体铜的干扰

试验表明 ,在 250 mL 分析试液中 ,小于 100 mg 的基体铜无明显干扰 .但在 $u(As)<0.0025\%$ 时 ,随着取样量增加 ,基体铜浓度增加 ,基体铜对砷的测定有干扰 ,使测定结果偏低 ,详见表 1 .

从表 2 可看出 ,在 250 mL 分析试液中 , $m(Pb)\leq 100\mu g$, $m(Zn)\leq 50\mu g$, $m(Ag)\leq 50\mu g$,都无明显干扰 .

2.2 精密度的测定

对不同浓度的砷标准系列进行精密度测定 ,5 次测定的结果列于表 3 ,其相对标准偏差在 2.0% 以下 .

表 3 测定砷标准系列的结果($n=5$)

Table 3 Results for determination of standard arsenic serices						
标准浓度/($mg\cdot L^{-1}$)	实际测定浓度/($mg\cdot L^{-1}$)					RSD/%
	1	2	3	4	5	
0.050	0.049	0.050	0.051	0.050	0.049	1.73
0.100	0.098	0.098	0.100	0.102	0.100	1.73
0.150	0.149	0.150	0.150	0.148	0.148	1.3
0.200	0.201	0.198	0.199	0.201	0.200	1.3
0.250	0.249	0.250	0.251	0.248	0.250	0.98

2.3 准确度的测定

用本法对铜精矿标准物质中的砷进行测定 ,结果列于表 4 .由表 4 可知 ,分析的准确度高 .

表 4 铜精矿标准物质的测定结果

Table 4 Determination results of standard matter of copper concentrate				
名称	标准值 $u(As)/\%$	平均值($n=5$) $u(As)/\%$	标准偏差/ $\%$	相对标准偏差/ $\%$
铜精矿 1	0.053	0.0560	0.0025	4.46
铜精矿 2	0.0020	0.00199	0.00013	6.53

果良好 ,能满足分析需要 .

表 5 回收试验结果

Table 5 Results of recovery test			
标样含砷量/ μ g	加入砷量/ μ g	测得砷量/ μ g	回收率/%
53	10	63.06	100.6
28	10	38.02	100.2
10	10	19.99	99.9

2.5 方法对照

用本法与 DDTC 银比色法分别对 10 个铜矿样进行测定 ,结果列于表 6 .从表 6 中可以看出 ,用两种方法测得的结果吻合得较好 .

2.4 回收率的测定

试样加标回收结果列于表 5 ,由表 5 可知 ,此方法的加标回收率在 99.9% ~ 100.6% 之间 ,回收效

表 6 本法与 DDTC 银比色法测定结果的对照
Table 6 Comparison of results between this method and DDTC silver colourimetry

样品编号	比色法所测结果 $u(\text{As})/\%$	本法所测结果 $u(\text{As})/\%$
1	0.00046	0.00044
2	0.00058	0.00059
3	0.0086	0.0086
4	0.0098	0.0093
5	0.0190	0.0191
6	0.0274	0.0278
7	0.057	0.058
8	0.088	0.091
9	0.150	0.147
10	0.248	0.241

3 结 语

用 AFS-230 型原子荧光光谱法测定铜矿样中的砷,分析条件易于控制.利用最佳的分析条件,可得到满意的分析结果.本法具有操作简单、快速、基体铜干扰小、灵敏度高、节省试剂等特点,值得在厂矿企业推广.

Determination of arsenic in copper concentrate by atomic fluorescence spectrometry

YE Lin

(Jiangmen Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau , Jiangmen 529000 , China)

Abstract : Arsenic in a copper concentrate can be rapidly determined by atomic fluorescenc , accompanied with less interference from base copper. The results obtained by this method are coincident with that by DDTC silver colourimetry. The method is simple in operation and fast in determination , with a recovery of 99.9% – 100.6% and a relative standard deviation less than 2.0% .

Key words : atomic fluorescence spectrometry ; copper concentrate ; arsenic