

文章编号:1673-9981(2013)04-0284-03

火焰原子吸收光谱法测定杂铜中的银*

陈小兰

广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院)分析测试中心,广东 广州 510650

摘 要:先用硝酸溶解杂铜,再加入盐酸溶解并络合银,并使盐酸的酸度保持 25%,最后用火焰原子吸收光谱法测定溶液中的银.通过对盐酸(1+3)对银的络合能力、基体和共存元素对杂铜中银测定的影响进行研究,结果表明:铜基体和共存元素对银的测定没有干扰.本法测定快速、准确,测定结果与火试金测定结果一致,相对标准偏差小于 1.2%($n=7$),回收率 99.0%~99.6%.本法可用于杂铜含银 10~15000 g/t 的测定.

关键词:银;杂铜;原子吸收光谱法

中图分类号:O657.31

文献标识码:A

随着电子产品的更新换代,废旧电器物的回收利用尤为重要,杂铜是铜的二次资源回收的中间产物,富含金、钯、银等贵金属.目前,有色金属行业标准中有粗铜中银的测定^[1],国家标准中有铜及铜合金中银的测定^[2],杂铜中银的测定尚未见文献报道.标准中粗铜中银的测定是先用湿法除铜,铅试金富集,重量法测定银.该方法的优点是取样量大,代表性好,但火试金能耗大,设备昂贵,劳动强度大,铅污染严重,不利于环保.铜及铜合金中银的测定,是用硝酸溶解试样,在硝酸介质中用原子吸收光谱仪测定其中的银.该方法要求实验室无氯根的环境;被测溶液要定容于棕色的容量瓶,因硝酸银见光易分解,且在测定时,试液容易污染燃烧头,难以清洗;铜合金中若含有其他贵金属(金、钯、铂等),当其含量较高时,单一的硝酸不能完全溶解合金中的银.本文介绍了用硝酸溶解杂铜,再加入盐酸溶解并络合其中的银,在盐酸介质中,采用火焰原子吸收光谱法测定其中的银.此方法可快速、准确的测定杂铜中的银.

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

PE-900F 原子吸收光谱仪;银空心阴极灯,波

长 328.1 nm,灯电流 10 mA,狭缝宽度 0.7 mm,乙炔流量 2.5 L/min,空气流量 10 L/min.

硝酸、盐酸均为分析纯.

银标准工作曲线浓度:0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 ug/mL,盐酸($\varphi=25\%$)介质.

1.2 实验方法

称取 1.0000 g 杂铜样品于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1)置于电炉上加热溶解,蒸至 2~3 mL 取下,加入 25 mL 盐酸,用二级水洗涤表面皿和杯壁,煮沸,取下,冷却后,再补加 25 mL 盐酸,移入 200 mL 容量瓶中,用二级水定容至刻度,混匀.澄清后,根据该溶液中银含量不同,选择相应的稀释倍数,保持 25%的盐酸酸度,用 PE-900F 原子吸收光谱仪,采用氘灯扣背景,测定溶液中的银含量.

2 结果与讨论

2.1 盐酸的络合能力

移取 7.00, 10.00, 15.00 mL 银标准溶液(1.0000 g/L, 5% HNO₃ 介质)分别置于盛有 50 mL

收稿日期:2013-09-25

* 基金项目:广东省重大科技专项(2012A090300008)

作者简介:陈小兰(1966-),女,广东高州人,高级工程师,学士.

盐酸的 200 mL 容量瓶中,用水定容,混匀. 然后分别移取该溶液 5 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸,用水定容,混匀,用 AAS 法测定溶液中的银,结果列于表 1. 表 1 表明,当该溶液中银离子含量不大于 15 mg 时,银离子能被 200 mL 盐酸(1+3)完全络合.

表 1 200mL HCl(1+3)络合银的能力

Table 1 200mL HCl(1+3)complexing abilities of silver

加入 Ag 标准量/mg	测得溶液 Ag 含量/mg	回收率/%
7.00	7.00	100.0
10.00	10.01	100.1
15.00	14.98	99.9

2.2 基体的影响

称取 0,0.1000,0.2000,0.5000,1.0000 g 纯铜 ($w(\text{Cu})\geq 99.99\%$, $w(\text{Ag})\leq 0.0005\%$) 分别置于 150 mL 烧杯中,按实验方法溶解样品. 冷却后,各加入 1.00 mL 银标准溶液(100 ug/mL, 5% HNO_3 介质)和 25 mL 盐酸,然后定容于 100 mL 容量瓶,混

匀,用 AAS 法测定溶液中的银,测定结果列于表 2. 由表 2 可知,当铜质量浓度 $\varphi(\text{Cu})\leq 10.0\text{ g/L}$ 时,铜对银的测定没有影响.

表 2 铜基体对银测定的影响

Table 2 Effects of copper matrix on the determination of silver

铜质量浓度/($\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$)	银的吸光度/A
0	0.180
1.0	0.181
2.0	0.181
5.0	0.180
10.0	0.176

2.3 共存离子的影响

根据杂铜试样中存在 Au, Pd, Pt, Pb, Zn, Ni, Sn, Fe, Ca, Se 等杂质元素,考察了这些杂质的质量浓度均为 10.0 ug/mL 时对测定 Ag 质量浓度为 1.00 ug/mL 的影响. 于 25% 盐酸介质中进行测定,测定结果列于表 3. 由表 3 可知,上述共存离子在质量浓度为 10.0 ug/mL 时对银的测定无影响.

表 3 共存离子的影响

Table 3 Effects of coexisting ions

杂质质量浓度 $\varphi=10.0\text{ ug/mL}$	Au	Pd	Pt	Pb	Zn	Ni	Sn	Fe	Ca	Se
测得 Ag 质量浓度 $\varphi(\text{Ag})/(\text{ug}\cdot\text{mL}^{-1})$	0.99	1.00	0.99	1.02	0.99	1.01	0.99	0.98	0.99	1.00

2.4 样品分析结果和结果对照

按实验方法,对杂铜样品中的银进行平行测定 ($n=7$),并将测定结果与火试金法的测定结果进行

对照,其结果列于表 4. 由表 4 可知,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 1.2% ($n=7$),回收率为 99.0%~99.6%.

表 4 试样分析结果及结果比较

Table 4 Analysis results of the samples and compariton results

试样	Ag 的测定值/($\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$)	平均值/($\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$)	RSD/%	火试金结果/($\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$)	Ag 加入量/ug	回收率/%
A	429,424,439,432,426,430,427	430	1.15	428	400	99.6
B	1434,1414,1424,1425,1422,1430,1428	1425	0.45	1428	1500	99.2
C	4853,4877,4896,4870,4834,4880,4892	4872	0.45	4892	5000	99.0
D	13144,13104,13184,13064,13224,13144,13264	13161	0.52	13121	/	/

3 结 论

先用硝酸溶解杂铜,再加入盐酸溶解并络合其

中的银,在 25% 盐酸酸度下,用原子吸收光谱仪测定杂铜中的银,铜基体及共存离子不干扰银的测定. 该法简单、快速,准确度高,测定结果与火试金法测定结果一致,相对标准偏差小于 1.2% ($n=7$),回收

率为 99.0%~99.6%。本法可用于杂铜含银 10~15000 g/t 的测定。

参考文献:

[1] 国家标准委员会. YS/T 521. 2—2009 粗铜化学分析方

法 金和银量的测定 火试金法[S]. 北京:中国标准出版社,2010.

[2] 国家标准委员会. GB/T5121. 19—2008 铜及铜合金化学分析方法 银含量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2008.

Determination of silver in miscellaneous copper by flame atomic absorption spectrometry

CHEN Xiaolan

Analytical and Testing Center Guangdong General Research Institute for Industrial Technology (Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals),Guangzhou 510650,China

Abstract: Miscellaneous copper was dissolved first in nitric acid, and then hydrochloric acid was added to dissolve and complex silver, and HCl acidity remains at 25%. Silver in solution was determined by flame atomic absorption spectrometry. An investigation was made by examining hydrochloric acid(1+3) complexing ability of silver, and the effects of copper matrix and coexisting elements on the determination of silver. The results showed that the copper substrate and other coexisting elements didn't make any sense on the determination of silver. This method is simple, and the accuracy is high. The determination results were in good agreement with those obtained by fire assaying. The RSD was less than 1.2%($n=7$), and the recovery ratio is 99.0%-99.6%. The method can be easily used for the determination of miscellaneous copper containing silver about 10-15000g/t.

Key words: silver; miscellaneous copper; atomic absorption spectrometry