

# 火焰原子吸收光谱法测定铅冶炼渣中的银量

雷素函 冯静弦

(株洲冶炼集团股份有限公司 质量保证部,湖南 株洲 412004)

**摘要** 试样用盐酸、硝酸和氢氟酸溶解完全,采用火焰原子吸收光谱法于波长 328.1 nm 处测定银量。方法准确快速,加标回收率在 99.0%~104.0%,7次测定相对标准偏差在 0.45%~3.7%,方法适用于铅鼓风炉渣、烟化炉渣、废渣、水淬渣、熔渣中银量(0.002%~0.050%)的测定。

**关键词** 火焰原子吸收光谱法;铅冶炼渣;银

**中图分类号**:O657.31;TH744.12 **文献标识码**:A **文章编号**:2095-1035(2013)S0-0062-03

## 0 前言

铅冶炼渣中含有一定量的银,但是测定铅冶炼渣中银的含量尚没有标准方法。虽然可以参照铅精矿国家标准方法中的火试金法<sup>[1]</sup>测定 100~5 000 g/t 的含银量,但是火试金法要求特殊的仪器设备、费时、耗能,尤其是铅冶炼渣中的 Si, Ca, Mg, Al 等元素的含量较高,渣的流动性差,常导致化验结果偏低,难以满足生产的需要。因此参考原子吸收光谱法测定铅精矿中的高含量银<sup>[2]</sup>的方法,通过此实验确定,加入适量的硝酸和氢氟酸,并应用原子吸收光谱法测定铅冶炼渣中的银量,其操作过程简单,回收率高,精密度好,测定结果与试金法比较,同样准确可靠。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂

盐酸、硝酸、氢氟酸、硫脲-盐酸溶液(100 g/L)、银标准储备溶液(0.1 mg/mL)、银标准工作溶液(20 μg/mL),所有试剂均为分析纯,实验室用水为二级水。

### 1.2 仪器

TAS-986F 火焰原子吸收光谱仪(北京普析通用仪器有限公司)。

### 1.3 仪器工作条件

波长:328.1 nm;狭缝宽度:0.1 nm;乙炔流量:

2.5 L/min;空气流量:7.0 L/min。

### 1.4 实验方法

称取 0.500 0 g 试样,置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 15 mL 盐酸,置于电热板低温处加热溶解数分钟,加入 5 mL 硝酸,继续加热至试样完全溶解,低温蒸发至近干,取下稍冷,加入 5 mL 氢氟酸,低温蒸发至近干,取下,冷却。加入 5 mL 硫脲-盐酸溶液,加热使盐类溶解,取下冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处,以蒸馏水调零,测定 Ag 的吸光度,减去随同空白试样吸光度,从工作曲线上查出元素的浓度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 干扰实验

依据文献<sup>[2]</sup>, $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$  不干扰银的测定。移取 5 mL 银标准溶液于 250 mL 烧杯中,分别加入杂质元素,以下按照实验方法操作。结果表明,当相对误差在 ±5% 时,下列共存离子(以 mg 计):  $\text{Zn}^{2+}$  (200),  $\text{Ca}^{2+}$  (20),  $\text{Cu}^{2+}$  (20),  $\text{Sb}^{3+}$  (10),  $\text{Cd}^{2+}$  (0.5) 不干扰测定。

### 2.2 硝酸、氢氟酸用量选择

称取 0.5 g 试样进行硝酸、氢氟酸溶样的最佳用量实验,从表 1 中数据可见,分别加入 5 mL 硝酸和 5 mL 氢氟酸的组合既能够保证试样充分溶解,又能够不造成试剂的浪费,为实验的最佳酸用量。

表 1 溶解试样的酸用量实验数据 /mL

试样编号	盐酸	硝酸	氢氟酸	银的质量分数/%
121216B		5	3	0.001 7
		10	3	0.001 9
	15	5	5	0.002 3
		10	5	0.002 2
		5	10	0.002 3
		10	10	0.002 3
LZ2013227C-1		5	3	0.005 6
		10	3	0.005 9
	15	5	5	0.006 2
		10	5	0.006 2
		5	10	0.006 1
		10	10	0.006 1
LZ13227B-1		5	3	0.004 2
		10	3	0.004 2
	15	5	5	0.004 5
		10	5	0.004 6
		5	10	0.004 5
		10	10	0.004 5

2.3 绘制工作曲线

分别移取 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 mL银标准储备溶液于一系列 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫脲-盐酸溶液,用水稀释至刻度线,混匀。按实验方法测其吸光度,绘制工作曲线。如图 1。

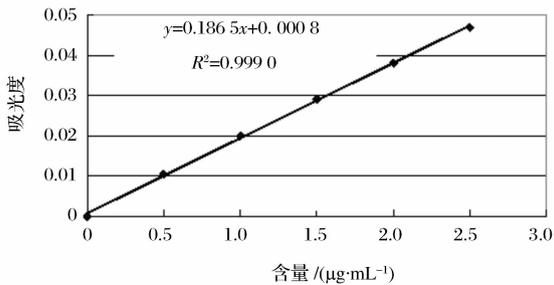


图 1 银的工作曲线

2.4 加标回收实验

称取铅厂铅渣批号为 121216B 的废渣 0.5000 g 两份并分别加入银标准溶液 0.00, 2.00mL, 称取批

表 3 精密度实验结果 (n=7)

样品	结果						平均值	SD	RSD	
121216B	0.002 3	0.002 2	0.002 2	0.002 3	0.002 2	0.002 1	0.002 1	0.002 2	0.000 082	3.7
RZ-0228B05	0.014 6	0.014 4	0.014 4	0.014 5	0.014 2	0.014 5	0.014 4	0.014 4	0.000 125	0.87
RZ0227A21	0.041 7	0.041 6	0.041 8	0.042 0	0.041 6	0.042 0	0.042 0	0.041 8	0.000 186	0.45

从以上数据可以看出,银的测定相对标准偏差在 0.45%~3.7%, 满足分析要求。

2.6 方法对比实验

对九个试样中的银用原子吸收光谱法与火试金

号为 RZ0228B05 的熔渣 0.500 0 g 三份分别加入银标准溶液 0.00, 10.00, 15.00 mL, 称取批号为 RZ0227A21 的熔渣 0.250 0 g 三份分别加入银标准溶液 0.00, 5.00, 10.00 mL, 按照分析方法加入 15.00 mL 盐酸,置于电热板低温处加热溶解,加入 5 mL 硝酸,继续加热溶解完全,低温蒸发至近干,取下,稍冷。加入 5 mL 氢氟酸,低温蒸发至近干,取下,冷却。加入 5 mL 硫脲-盐酸溶液,加热使盐类溶解,取下冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。测得结果并计算加标回收率,结果见表 2。

表 2 银加标回收实验数据

试样编号	试样量/g	加银标量/μg	测得银量/μg	回收率/%
121216B	0.500 0	0	23	—
	0.500 0	40	64	102.5
	0.250 0	0	204	—
RZ0227A21	0.250 0	100	305	101.0
	0.250 0	200	412	104.0
	0.500 0	0	146	—
RZ-0228B05	0.500 0	200	344	99.0
	0.500 0	300	445	99.7

实验表明,银的加标回收率达到 99.0%~104.0%, 满足分析要求。

2.5 精密度实验

称取试样 0.500 0 g 七份分别置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 15 mL 盐酸,置于电热板低温处加热溶解,加入 5mL 硝酸,继续加热溶解完全,低温蒸发至近干,取下,稍冷。加入 5 mL 氢氟酸,低温蒸发至近干,取下,冷却。加入 5 mL 硫脲-盐酸溶液,加热使盐类溶解,取下冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。测得结果并计算,结果见表 3。

分析方法比对,对比结果见表 4。

分析实验结果,本方法与火试金分析方法基本一致,有个别数据差异较大,可以断定为样品的均匀性不好所致。

表 4 方法对比实验数据 /%

试样名称	试样编号	火试金	本方法	差值
废渣	121216	0.002 2	0.002 3	0.000 1
水淬渣	LZ2013227C-1	0.006 2	0.006 1	0.000 1
水淬渣	LZ13227B-1	0.004 1	0.004 5	0.000 4
熔渣	RZ0227A21	0.042 3	0.041 8	0.000 5
熔渣	RZ00228B05	0.017 7	0.014 4	0.003 3
熔炼炉渣	LZ022705	0.003 6	0.003 9	0.000 3
熔炼炉渣	LZ022701	0.002 6	0.003 3	0.000 7
铅冶炼炉渣	LZ022721	0.002 4	0.002 5	0.000 1
铅鼓风炉渣	121209A	0.001 6	0.001 1	0.000 5

### 3 结语

通过对试样溶解时酸的最适加入量的实验,确

定了最佳的酸的加入量,并选取实际生产中的废渣、熔渣、水淬渣等渣样进行加标回收实验,并与火试金分析方法比较。证明了采用火焰原子吸收光谱法测定铅冶炼渣中的银,准确度高,精密度好,操作简便、快捷,劳动强度小,适于批量测定。

#### 参考文献

- [1] 国家标准委员会. GB/T 8152.9—1989 铅精矿化学分析方法 火试金法测定量和银量[S]. 北京:中国标准出版社,1989.
- [2] 钟超宏,郑梦云,卢国振,等. 原子吸收分光光度法测定铅精矿中的高含量银[J]. 分析实验室,2000,(1):75.