

文章编号:1005-2712(2005)01-0038-03

氨水介质中的原子吸收光度法 测定铜精矿中的银量

嵇河龙

(铁山垅钨矿,江西 于都 342307)

摘 要:试样经硝酸—氯酸钾溶解,在硫酸铵—氨水—乙醇介质中,将铜、锌、银等生成可溶性氨络合物与铁、铝、汞、铅、锰等元素分离。控制适量氨水,于原子吸收分光光度计,波长 328.1nm 处,以空气—乙炔火焰测定溶液中银的吸光度,扣除背景吸收。该法灵敏度为 0.033 μ g/mL,1%吸收,检出限为 0.004 μ g/mL,测量范围 4~ 1500g/t。

关键词:铜精矿;银量测定;银氨络离子;原子吸收

中图分类号:O657.31

文献标识码:B

0 前 言

铜精矿中银的测定方法报道很多,而在氨水介质中,原子吸收光度法测定的尚不多见。文献[1]介绍了铜精矿中银的原子吸收快速测定的方法,即在 10%盐酸介质中,原子吸收光度法测定银。文献[2]介绍了火试金法及在 10%盐酸介质中的原子吸收光度法。用火试金法,手续繁杂、费时,且结果偏低;用 10%盐酸介质中的原子吸收光度法,酸度大,试液粘性大,将使喷射速度和雾化效率降低,同时易腐蚀燃烧头。据文献[3]介绍,在氨性溶液中,银有较高的灵敏度,有利于消除化学干扰。

笔者认为在适量的氨水介质中,试液粘性很小,有利于毛细管进样,提高了喷射速度和雾化效率。由于银氨络离子较为稳定,在其它阳离子或阴离子存在下,少有可能生成其它更加稳定或难熔化合物,因而少有产生化学干扰。由于银氨络合物在火焰中更易挥发和原子化。为此,根据文献[3]所提出的在氨性溶液中,银有较高的灵敏度,有利于消除化学干扰,笔者试验,试样液在适量氨水介质中,原子吸收光度测定铜精矿中银量。

1 实验部分

1.1 仪器

GGX—9 型原子吸收分光光度计(地质矿产部北京地质仪器厂)。

1.2 试剂

硫酸铵溶液(100g/L)。银标准储存溶液:称取 0.1000g 金属银(>99.95%),于 250mL 烧杯中,加入 20mL 硝酸(1+1),加热至完全溶解,冷却至室温,移入 200mL 棕色容量瓶,用无氯离子水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 500 μ g 银。银标准溶液:移取 20.00mL 银标准储存溶液于 100mL 棕色容量瓶中,用硝酸(1+99)稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 银。

1.3 仪器工作条件

经试验选择的最佳仪器工作条件为:波长 328.1nm;光谱通带 0.2nm;灯电流 4.0mA;燃烧头高度 8mm;空气流量 5.0L/min,乙炔流量 1.5L/min;氙灯电流 120mA。

1.4 分析步骤

称取 0.5000g 试样于 250mL 烧杯中,用少量水润湿,并摇散试样,加入 0.2g 氯酸钾,20mL 硝酸。于低温处加热溶解,继续加热蒸发至 4~6mL,取下,加入 20~30mL 水,5mL 硫酸铵溶液,煮沸约 2min,取下,稍冷。补加 5mL 氨水,加入 5mL 乙醇,摇匀,冷至室温,移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初流下的 15mL 滤液,移取 20.00mL 溶液于 250mL 烧杯中,低温加热赶氨,至溶液体积约 10~12mL,取下稍冷,加约 30mL 水,冷却,此时溶液 pH 约 9。加入 1.5mL 氨水,摇匀,加入 2mL 乙醇,摇匀。移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至

收稿日期:2004-12-20

作者简介:嵇河龙(1965—),男,江西临川人,铁山垅钨矿分析化学工程师,主要从事分析化学技术工作。
© 1994-2012 China Academic Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

刻度,混匀。使用空气—乙炔火焰,于原子吸收分光光度计上按仪器测定条件,以随同试样的空白试验溶液调零,测量试液的吸光度,扣除背景吸收,自工作曲线上查出相应的银试液浓度

1.5 工作曲线

移取 0.0、0.5、1.0、1.5mL 银标准溶液分别置于一组 100mL 棕色容量瓶中,加入 1.5mL 氨水,摇匀,加入 2.0mL 乙醇、摇匀,用水稀释至刻度,混匀。按仪器工作条件调节好仪器,采用氘灯扣除背景,以“0”浓度调零,测量溶液的吸光度,以银标准溶液的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

2 结果与讨论

2.1 氨水用量的选择

在每 mL 含 1.0 μ gAg 的 100mL 银标准溶液中,氨水用量在 1.5~2.5mL 范围内有吸光度平台,从图 1 可知,选择氨水用量 1.5mL。

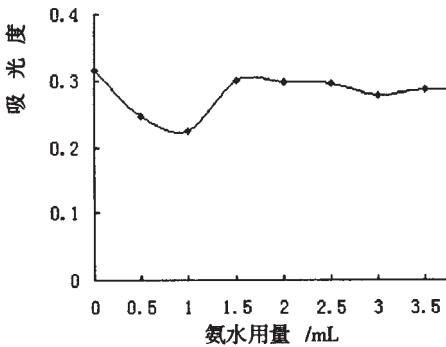


图 1 吸光度随氨水用量变化曲线图

2.2 乙醇用量的选择

试验发现,单纯在 1.5%氨水介质中,每隔一小段时间,测量一组银标准溶液的吸光度,有不同程度的下降,最后趋于平稳。经过试验在 1.5%氨水介质中,加入适量的乙醇,可抑制吸光度的下降,保持吸光度稳定。因此,需要选择乙醇作稳定剂,试验发现,在每 mL 含有 1.0 μ gAg 的 100mL 银标准溶液中,乙

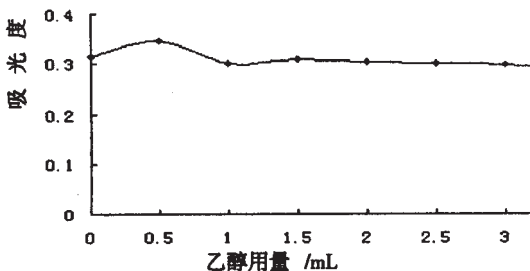


图 2 吸光度随乙醇用量变化曲线图

醇用量在 1.0~5.0mL 范围内有吸光度平台,从图 2 可知,选择乙醇用量为 2.0mL。

2.3 乙醇—氨水介质用量的选择

2.1 和 2.2 是单独对氨水和乙醇用量作了条件试验。在 100mL 含有 2mL 乙醇 1.0 μ g/mL 银标准溶液中,氨水用量在 1~2mL 范围内有吸光度平台,如图 3。反复测定银标准溶液的吸光度,基本稳定,故选择乙醇—氨水介质用量为 2mL 乙醇,1.5mL 氨水。

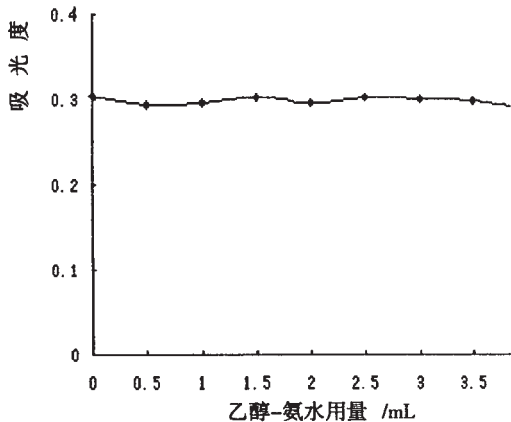


图 3 吸光度随乙醇—氨水用量变化曲线图

2.4 共存离子对银测定的影响

据文献[3]中介绍,溶液中共存的多种阴、阳离子对银的原子吸光度法测定干扰很小。但其背景值较大,此时需用氘灯扣除背景吸收,也可用非吸收线 332.3nm 进行背景校正。

2.5 灵敏度、检出限及线性范围

在选定的实验条件下,配制不同的银标准溶液,按试验方法测出吸光度并绘制工作曲线。工作曲线在 0~1.5 μ g/mL 范围内呈线性。方法的检出限为 0.004 μ g/mL,灵敏度为 0.033 μ g/mL,1%吸收。

2.6 样品分析

方法的准确度见表 1,方法的精密度见表 2,样品分析结果对照见表 3。

表 1 分析结果的准确度 g/t

测定值	平均值	标准偏差	变异系数%	备注
880.890.90	895	12	1.34	铜精矿标准 样品推荐值
0.905.893.8				
91.916.904.				
875.883.888				

表 2 方法精密度 g/t

试样编号	试样名称	单次测定结果	平均	标准偏差	变异系数 %
301	铜精矿	1108 1120	1129	16	1.42
		1127 1130			
		1150 1125			
		1158 1138			
		1112 1110			
302	铜精矿	1137	1109	14	1.26
		1103 1102			
		1095 1114			
		1138 1117			
		1103 1118			
		1120 1090			
		1101			

表 3 试样分析结果对照 g/t

试样编号	试样名称	本法	火试金法	稀盐酸介质的原子吸收法
301	铜精矿	1138	1087	1215
302	铜精矿	1117	1078	1192

3 结 论

(1)溶液低温加热赶氨至溶液体积 10~12mL。目的是赶去溶液中的过量氨水,但必须保证有适量的游离氨存在(约 0.2mL),保持 $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 、 $[\text{Zn}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ 、 $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$ 等化学组成不变。此时溶液的 pH 值约为 9,有微量的游离氨存在,使得铜、锌、银离子络合平衡移动维持动态不变。试验发现,溶液低温加热赶氨至溶液体积过小或过大,都会使得结果偏低很多。

(2)本法需在 2%乙醇和 1.5%氨水介质中,测量银溶液的吸光度。

(3)本试验方法具有简便,结果准确,重现性好等优点。

参考文献:

- [1] 马陈武.铜精矿中银的原子吸收快速测定[J].分析试验室,1986,(7):61.
- [2] GB/T3884.1-2000.铜精矿化学分析方法—金和银量的测定[S].
- [3] 北京矿冶研究总院编写小组.矿石及有色金属分析手册[M].北京:冶金工业出版社,1990.24-196.

Determination of Silver Content in Copper Concentrates by Atomic Absorption Spectrophotometry in Oxyammonia Medium

Ji He-long

(Tieshanlong Tungsten Mine,Yudu 342307, Jiangxi,China)

Abstract: The sample is dissolved in nitric acid and potassium, the Cu ,Zn and Ag are generated precipitately ammino-compex and seperated from Fe, Al, Hg, Pb and Mn in the ammonia-ammonia water-ethyl solution. The content of silver at the solution is determinated with atomic absorption spectrophotometer method at 328.1nm, sensitivity of the method is $0.033\mu\text{g/mL}$,1%absorption and detection limit is $0.024\mu\text{g/mL}$.

Key words: copper concentranes; determination of silver content; silverammnes ion; atomic absorption

(上接第 34 页)

The Researches in Technology of High-energy Ball Mill for Ultrafine Tungsten Powder

ZHANG Cai-xia

(School of Material and Chemistry Engineering, Jiangxi university of Science and Technology, Ganzhou 341000, Jiangxi, China)

Abstract:The size of tungsten powder which is changed along the conditions of ball mill is determinated by MASTERSIZR-2000 laser analyser, and the effect on the size of tungsten powder of the grinding time and rotating speed is discussed also. The results show that the ultrafine tungstem powder with the size of $-5.0\mu\text{m}$ can be obtained in the conditions which the grinding dense is 40%, the grinding time is 70h, the ratio of materials is 30:1,and the speed of rotation is 750r/min.

Key words: ultrafine tungsten powder; high-energy ball mill; technology