

痕量分析学术会议 论文摘要集

中国金属学会理化检验学术委员会
一九八〇年十一月

前

言

这本论文摘要汇编是1980年中国金属学会理化检验委员会主办的痕量分析学术会议上宣读的论文共六十篇。论文的分布情况是：分光光度26篇，离子选择电极2篇，极谱12篇，原子吸收9篇，光谱9篇，气体分析2篇。内中应用的新技术有多元络合物，新的有机显色剂、电感耦合等离子体光源、空心阴极光源、添加电位离子选择电极等等，分析对象有钢铁、半导体材料、有色纯金属等，论文内容都有一定的实用价值，是极有用的参考资料。

所有论文摘要均由作者根据原报告改写，包涵了最为重要的内容，作为参考已极足够。如需详细了解，可通过信函向作者单位洽询。

本汇编并附有未在会议上报告的题目作为线索，以供有关单位了解国内工作情况。

由于参加会议人数的限制，故编制本论文摘要集藉以扩大交流面，如能通过此项工作，对开展痕量分析有所裨益，不胜荣幸。

对于部分不符合制版要求的稿件，编者作了适当的删改，由于时间关系未及征得作者同意，仓促编印，疏漏之处在所难免，尚祈作者与读者见谅。

中国金属学会理化检验委员会

一九八〇年十一月

目 录

1. 原子吸收光谱法测定三氧化二钒中痕量钙	{ 8 }
2. 氧屏蔽空气—液化石油气火焰在原子吸收分析中的应用	{ 8 }
3. 无火焰原子吸收法测定中的一些干扰及消除	{ 11 }
4. 原子吸收火焰法测定岩石与矿物中痕量金	{ 14 }
5. 无火焰原子吸收测定石英中钠、钾、铜、铁	{ 17 }
6. 石墨炉原子吸收法测定岩石中的低含量钡	{ 21 }
7. 金属与合金中镉的原子吸收分光光度测定法	{ 24 }
8. 无火焰原子吸收测定 $POOF_3$ 中的铁、铜、铬、钴、锰	{ 27 }
9. 溶剂萃取和火焰原子吸收分光光度法测定高纯银中微量铜、铁、铅、锌、铈和铊	{ 40 }
10. ZrO_2 中 H_2O_2 含量的测定——正交试验设计法在光谱分析中的应用	{ 33 }
11. 应用高频等离子体光源对显象管用消气剂蒸散钡膜中痕量铝、镍、钛元素的测定	{ 36 }
12. 用光射光谱法测定镍铬钼钒钢中微量有害杂质	{ 39 }
13. 饮用水和污水中 13 种金属元素的 IOP 分析——低气流炬管的应用	{ 42 }
14. 高纯钽中钼、铌、钙的光谱测定	{ 45 }
15. 用空心阴极光源发射光谱法直接测定镍基高温合金中微量有害杂质	{ 48 }
16. 高纯钼中痕量杂质的光谱测定	{ 51 }
17. ZRG-1 型空心阴极光源	{ 54 }
18. 感应耦合高频等离子体发射光谱法测定氧化铜中非稀土杂质	{ 57 }
19. 玻璃炭电极阳极溶出极谱法测定钛中的微量杂质铅、锌	{ 60 }
20. 钢铁中微量铅的测定——极谱催化法	{ 63 }

21.示波极谱三电极催化导数法测定高纯物质及 某些试剂中的痕量钪	(66)
22.钢铁中微量锡的示波极谱测定	(70)
23.微分脉冲阳极溶出伏安法同时测定镍和镍基 合金中微量钒、铅、镉、锌	(74)
24.玻碳电极测定高纯铝中PPb数量级杂质	(77)
25.银膜玻碳电极阳极溶出法测定氯化稀土中微 量铅	(80)
26.高温合金中硒、碲的示波极谱连续测定	(83)
27.导数脉冲极谱法测定湿法冶金萃铜余液中微量 铜	(86)
28.锡的催化极谱测定	(89)
29.朱砂及含汞物料中硒的催化极谱测定	(92)
30.金属锌及矿石中铜的催化极谱测定	(95)
31.钛合金微量钒的萃取分光光度法测定	(98)
32.高纯金属铈中痕量铀的测定	(101)
33.一种高灵敏度测定铁的方法——水溶性苯胺兰 催化光度法测定痕量铁	(104)
34.稀土氧化物中微量铈的比色测定	(107)
35.次甲基兰分光光度法测定纯镍中微量硫	(110)
36.应用差示电位—二次标准加入法测定镍基合金 中痕量银	(113)
37.在有机相中用5-Br-DEPAP分光光度测定镍	(116)
38.应用三甲基玫红三羧酸测定钢中微量铝	(119)
39.萃取柱色层在钢铁分析中应用的试验萃取色层分离测 定铸铁、合金铸铁、低、高合金钢中稀土总量	(122)
40.新稀土显色剂安替比林S的合成与应用——钒基重稀土 球铁中轻重稀土分组测定	(125)

44. 用 2, 3, 4-三甲基戊二醇-1, 3 萃取物的研究 及其在分析上的应用	(128)
45. 离子交换色谱分离—光度测定钛合金中痕量钼	(131)
46. 铬天青 B——溴代十六烷基三甲基胺分光光度测定高 纯铌、钽、铈中微量铁	(134)
47. 高频感应加热微库仑法测定铈、铝及硬质合金中微量 硫	(137)
48. 三元络合物萃取光度法测定铜中微量铋的研究	(140)
49. 以铁—硫酸盐—H ₂ O ₂ 萃取分光光度测定微量铁	(143)
50. 溶剂萃取分离—诱导法测定钎克量的硒和碲	(146)
51. 铜中微量铋的测定—姜黄素直接比色法	(149)
52. 硫化氢—微库仑法测定铜、高温合金及纯铁中的痕量硫	(152)
53. 银的胶束增溶分光光度法——在阴离子表面活性剂存在 下以 5-OC-PADMA 作显色剂	(155)
54. 多元络合物显色反应的研究 (V11) 钽—铬天青 B— 溴代十六烷基三甲胺—乙醇体系	(158)
55. 金属钼中微量锡的比色测定——锡—苯酚—OP 法	(161)
56. 纯铁和合金中微量钼的测定 (PPm 级) 二溴茜素紫 (DBA)—溴化十六烷基三甲基胺分光光度法的 应用	(165)
57. 荧光光度法测定铈、铝及其合金中的痕量铍	(168)
58. 用苯酚和非离子型表面活性剂分光光度法测定 微量锆	(171)
59. 硅钼绿法测定钢铁中微量硅	(174)
60. 微量锆的萃取比色测定	(177)
61. 高纯水中痕量钼的简易连续监测—PNa 电极法	(180)
62. 半导体研究工艺中硅烷等氢化物的色谱分析	(183)
63. 合金试样中微量硒的罗丹明乃比色和碲的连测	(186)

原子吸收光谱法测定三氧化二钇中微量钙

严慰章 甄荣乔

(冶金部有色金属研究总院)

作为荧光基质的三氧化二钇,其中含有微量钙,对荧光强度和色度都有很大的影响。是影响出口产品纯度和质量的关键元素,并要求钙的含量小于7.0 ppm。

原子吸收光谱法测量钙是一个满意的分析方法,但是必须仔细地克服可能存在的干扰,否则会造成分析误差。首先有 Will 和 David 提出测钙分析方法[1, 2], Manning[3]研究了在 $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$ 焰中测定钙[3], Ramakrishna 和 Dickson[4, 5]系统地试验了各种离子对钙吸收干扰影响。

实 验

1. 仪 器

5000 型原子吸收分光光度计,进口空心阴极灯、空气-乙炔焰、PRS 打印器。

2. 试剂和标准溶液

钙标准溶液:由碳酸钙配制成每毫升含有 10.0 微克的钙。

各种酸:优级纯

化合物:除了钇(硝酸盐)和铈(硫酸盐)之外,其他均为氯化物。

去离子水:经过三次离子交换分离的纯水。

3. 仪器测定条件

波长 4227 埃,灯电流 20 毫安,狭缝宽度 0.7 纳米,燃烧器高度为 7 毫米,空气流量 23.6 升/分,乙炔流量为 3.6 升/分。

4. 试样分析方法

准确称取 2.000 克试样于 50 毫升玻璃烧杯内,加入 3 毫升纯水,5 毫升盐酸,加热溶解并蒸发至 1~2 毫升,冷却后移入 50 毫升容量瓶。分取 4 份 5 毫升上述试样溶液于 10 毫升容量瓶内,分别加入 0.0,

5.0, 10.0, 20.0 微克钙, 用水稀释至刻度。在 AA-BG 方式进行测量, 低含量钙可以在标扩下测量, 以增量法计算结果。整个分析过程必须带试剂空白试验。

结 果 与 讨 论

1. 干扰问题

基体三氧化二钇对钙吸收的干扰:

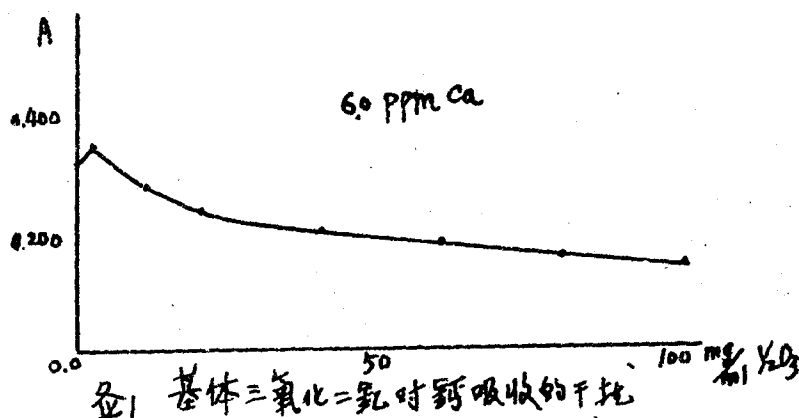
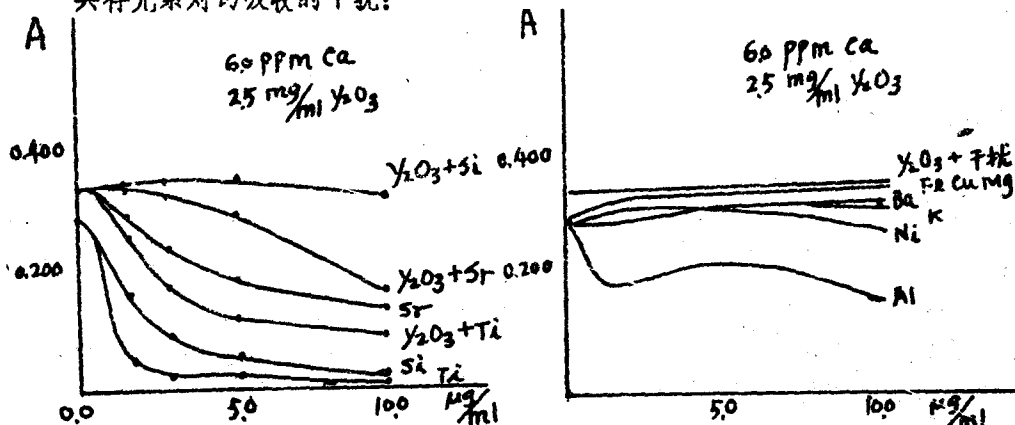


图1可知, Y_2O_3 量小于 5.0 毫克/毫升, 对钙稍有增感效应, 大于此值, 基体钇对钙吸收有抑制作用。

共存元素对钙吸收的干扰:



进行了十个共存元素的干扰试验, 见图2和图3。基体钇起到了释放

剂作用，除了钛和锆的干扰只能部分补偿外，其他元素的干扰均能克服。

2 基体钇在火焰中产生的背景影响

钇的背景吸收，是稀土钇产生的分子吸收〔6〕。结果见表1。对痕量钙的分析，少量背景必须用卤钨灯扣除，否则结果会偏高，见表2。

表1 基体钇的背景吸收^x

Y_2O_3 mg/ml	AA	AA-BG	BG
0.0	0.001	0.001	0.000
2.5	0.003	0.002	0.001
5.0	0.004	0.003	0.001
10.0	0.006	0.004	0.002
20.0	0.008	0.006	0.002
40.0	0.011	0.009	0.003
60.0	0.014	0.011	0.004
80.0	0.016	0.012	0.005
100.0	0.017	0.013	0.006

^x 在吸收方式的吸光度

表2 增量法测量结果

Y_2O_3 mg/ml	标准法 Ca%		$N_2O-C_2H_2$ 焰 Ca% ^(?)
	AA	AA-BG	
10.0	0.0011	0.0008	0.0008
20.0	0.0011	0.0008	0.0008

3 增量法中试剂空白扣除问题

由于纯标准和基体钇存在下标准曲线斜率不同，因此试剂空白值必须用增量法计算，并扣除之。

结 论

本文提出了一个 Y_2O_3 中痕量钙的分析方法，方法特征灵敏度为 0.12 微克/毫升，测定下限为 4.0 ppm，测量 0.001% 钙试样时，变异系数为 0.6%。

参 考 文 献

1. J.B.Will Spectrochim Acta 16 259 (1966)
2. D.J.David Analyst 84 536 (1959)
3. D.J.Manning Anal Chim Acta 36 312 (1966)
4. T.V.Rammkrishana Anal Chim Acta 36 57 (1966)
5. R.E.Dick Apple Spectro 20 214 (1966)
6. 大道寺 英弘 分析机器 15 72 (1977)
7. $N_2O-C_2H_2$ 焰测定 Y_2O_3 中痕量钙 有色院内部报告 1979

氧屏蔽空气-液化石油气火焰原子吸收分析中的应用

黄 崇 艺

(中国科学院化工冶金研究所)

液化石油气作为原子吸收分析火焰的燃气, 由于操作方便, 安全, 许多元素的分析灵敏度较高, 得到广泛应用^[1]. 但由于这种火焰的温度较低, 化学干扰严重, 因而应用受到限制. 有人采用氧屏蔽技术, 以提高空气-乙炔火焰的温度, 取得较好的效果^[2,3]. 本文将氧屏蔽技术应用于空气-液化石油气火焰, 测定了火焰的温度与空气-乙炔火焰相近. 并应用于铁矿石中钙, 镁, 锰, 铜, 钴, 镍和铁的测定, 效果亦与空气-乙炔火焰相近.

本文所用的仪口是自装单束束原子吸收分光光度计. 空心阴极灯电源是频率为 400 周/秒的方波电源. 燃烧口是水冷氧屏蔽燃烧口, 结构与 [3] 类似, 燃烧头缝宽 1.2 毫米, 长 100 毫米, 可通氧操作, 也可不通氧操作. 喷雾口是带橡皮球的玻璃喷雾口. 单色口是 WSD-J₂ 型反射式单色光计 (长春第一光学仪器厂). 吸收信号由光电倍增管 1P28 检出, 由由接放大器 BG305 组成的双 T 电桥选频放大器放大, 由多点反射检流计读出. 空心阴极灯为北京真空仪表厂和上海电表仪表厂产品.

各元素测定条件如表 1 所示.

表 1 各元素的测定条件

元素	波长 Å	狭缝 mm	灯电流 mA	火焰高 度 mm	空气 l/h	石油气 l/h	氧 l/min	灵敏度 ppm/1%T	检出限 ppm
Ca	4227	0.1	4	8	360	59	8	0.16	10
Mg	2852	0.1	4	9	400	50	4	0.031	0.2
Mn	2795	0.1	4	9	400	50	3	0.029	1.4
Cu	3247	0.1	3	8	400	41	3	0.026	1.4
Co	2407	0.05	10	9	400	41	3	0.046	2.0
Ni	2320	0.05	10	9	400	41	3	0.042	2.0
Fe	2482	0.05	8	8	400	41	3	0.056	2.8

a) 测定钙、镁和锰时溶液中含有 0.5% 的氯化钾.

氧屏蔽火焰由三种气体组成：予混合的氢气和石油气以及屏蔽氧。这三种气体的配比对元素测定的灵敏度和抗干扰能力有影响。对于所述7种元素，钨的影响最大，镍和钼次之，铜、钴、镍和铁的影响较小。测定钨要求有较大的燃气流量和屏蔽氧量以得到较高的灵敏度。利用屏蔽氧增加了火焰的温度，从而提高了其抗干扰能力。由于屏蔽氧的作用，火焰的稳定性较无屏蔽时有显著改善。

为了测量氧屏蔽空气-石油气火焰的温度，本文采用线性双线吸收法^[4]。所用的仪器是原子吸收分光光度计和空心阴极灯。测温物质是铁。操作条件如表2，计算公式为：

$$T_{ef} = \frac{4330}{\lg(9.22 A_1/A_2)}$$

式中 A_1 和 A_2 分别为波长1和2测得的吸光率。不同燃烧条件时火焰的温度如表3所示。表中达到的最高温度2260 K（47 中坐）

表2 温度测量的操作条件

波长 λ	灯电流 mA	狭缝宽度 mm	吸收池 mm	Fe浓度 ppm
1) 374.94	10	0.01	100	25
2) 358.20	10	0.01	100	250

a) 光谱通带宽度约为1 Å。

表3 不同燃烧条件时火焰的温度^{a)}

空气 L/h	石油气 L/h	流量 L/min	A_1 (3720 Å)			A_2 (3581 Å)			A_1/A_2	T_{ef}, K
			1	2	$\bar{A}_1$	1	2	$\bar{A}_2$		
400	36	5	0.082	0.085	0.084	0.095	0.092	0.094	8.94	2260
"	41	"	0.120	0.120	0.120	0.120	0.120	0.120	10.0	2205
"	46	"	0.175	0.180	0.178	0.160	0.160	0.160	11.1	2155
"	50	"	0.230	0.230	0.230	0.210	0.210	0.210	11.0	2160
"	55	"	0.280	0.275	0.278	0.240	0.242	0.241	11.5	2140
"	59	"	0.310	0.310	0.310	0.250	0.250	0.250	12.4	2105
"	63	"	0.330	0.330	0.330	0.248	0.248	0.248	13.3	2075
"	"	3	0.295	0.300	0.298	0.130	0.130	0.130	22.9	1860
"	"	4	0.340	0.330	0.335	0.195	0.200	0.198	16.9	1975
"	"	5	0.330	0.330	0.330	0.240	0.240	0.240	13.8	2060
"	"	6	0.320	0.320	0.320	0.255	0.260	0.258	12.4	2105
"	"	7	0.290	0.290	0.290	0.265	0.265	0.265	10.9	2165
"	"	8	0.265	0.270	0.268	0.270	0.270	0.270	9.93	2210

a) 燃烧口的测量高度为9毫米。

与一乙炔火焰达到的最高温度 2330°K 相近。

本文考察了盐酸、高氯酸等五种酸，铝、钼和铁等 12 种元素对测定 7 种元素的影响，在一定范围内，这些不影响这 7 种元素的测定。6 种铁矿石标准样品被用来考察这种火焰在原子吸收分析中的应用情况。分析结果列于表 4。

表 4 铁矿石中钙、镁、锰、铜、钴、镍和铁的分析结果(%)^{a)}

元素		标准样品					
		101 原矿	102 精矿	103 尾矿	104-1W 铁矿	W-7179 钴精矿	W-7180 铁矿
CaO	标准值	8.21	1.80	9.16	0.87	3.03	0.51
	测定值	8.09	1.64	9.29	0.91	3.02	0.41
	标准偏差	0.06	0.04	0.15	0.05	0.10	0.009
MgO	标准值	6.41	3.57	9.40	1.42	0.95	2.53
	测定值	6.46	3.50	9.61	1.46	0.92	2.61
	标准偏差	0.20	0.08	0.25	0.04	0.03	0.08
MnO	标准值	0.277	0.343	0.216	0.176	0.032	0.157
	测定值	0.290	0.354	0.214	0.187	0.033	0.162
	标准偏差	0.006	0.005	0.007	0.006	0.001	0.003
Cu	标准值	0.015	0.0272	0.0422	0.90	0.540	0.734
	测定值	0.019	0.031	0.046	0.898	0.543	0.752
	标准偏差	0.002	0.001	0.002	0.014	0.006	0.013
Co	标准值	0.014	0.0179	0.0247	0.025	0.252	0.030
	测定值	0.0171	0.0225	0.0293	0.0267	0.266	0.0305
	标准偏差	0.0005	0.0004	0.0009	0.0014	0.0058	0.0021
Ni	标准值	0.0088	0.0182	0.0184		0.240	0.023
	测定值	0.0096	0.0196	0.0195	0.0069	0.258	0.0248
	标准偏差	0.0007	0.0004	0.0005	0.0004	0.006	0.0009
Fe	标准值	26.69		14.57			
	测定值	26.68		14.80			
	标准偏差	0.25		0.14			

a) 每个样品测定 5 次。

主要参考文献

1. 地质科学研究院编，原子吸收光谱分析经验交流会议技术资料选编，地质出版社(1975)
2. R. Stephen, Talanta 20, 765(1973)
3. 王叶章，杨密云，郭小伟，分析化学 4(No.1), 26(1976)
4. Б.В. Нёсов и Н.А. Орлов, Ж. АНАЛ. ХИМ. 30, 1653(1975)

无火焰原子吸收法测定中的一些干扰及消除

李家熙 郑 尧

(地科院岩矿测试技术研究所)

无火焰原子吸收法因其灵敏度高,已广泛用于样品量少及低含量成份的测定。随着工作的开展,测定中的干扰与消除已成为目前研究的课题。

无火焰法中的干扰与火焰法不同,大致可分为物理干扰与化学干扰两类。前者如引入试样的多少,进样位置,使用弱光源时炉体辐射的影响等,可用相应方法(控制进样量与进样位置尽量一致,提高光源强度等)予以解决。后者主要有卤化物,碳化物,氮化物,氧化物的生成以及某些阳离子的影响等。本文应用 P D 403 型原子吸收仪,56型记录器,HGA-72 型石墨炉,简要叙述无火焰法测定铷、铯、钡等元素时遇到的一些干扰及其消除。

一、碳化物的生成

铷、铯、钡的测定灵敏度在涂层管中较未涂层管约高 1-8 倍,铜、铈等高温元素则提高近 10 倍^[1],如在管中加衬钽片,完全排除了铜、铈碳化物的生成,其灵敏度甚至可提高 100 倍^[2]。但涂层管往往较未涂层管干扰多而复杂。如测铯时,未涂层管铁、钨无干扰,而涂层管中钨为正干扰,铁为负干扰。又如在未涂层管中几乎所有稀土元素都干扰铯,当加入一定量铈后,其他稀土元素的干扰即可消除^[2]。铜铈对铯的正干扰,在它们达到一定量后,其影响可达恒值^[2],而在涂层管中稀土元素间的干扰要复杂得多。

此外,利用某些元素在未涂层管中形成碳化物难易的差别也可作为消除干扰的手段。当加入一种能形成更稳定碳化物的元素时,溶液中的待测元素即被释放而不受干扰。相反,涂层管中生成碳化物的可能性减少,元素间互相影响或在相近时间内原子化而在气相中产生干扰。

二、氯化物的生成^[3,4]

铷、铯、钡的卤化物,在稍高的热解温度下,即可引起蒸发损失,尤以铷最明显。可用下述方法消除其影响。

1. 氢氧化铵法

溶液中加入氨水中和,可使氯离子在热解阶段以 NH_4Cl 形式逸出,但

NH_4O_1 在管端冷凝，原子化时冒烟，影响测定，仅对消除溶矿时残留的少量高氯酸有效。

2. 抗坏血酸法

加入抗坏血酸后，溶液中的氯离子在热解阶段以 HOCl 形式逸出，其他阳离子均转化成相应的氯化物，从而消除影响。图1为在 Ba_2O 1.0毫克/毫升的0.5% HOIO_4 、~2% HNO_3 溶液中，加入不同量的抗坏血酸的情况。

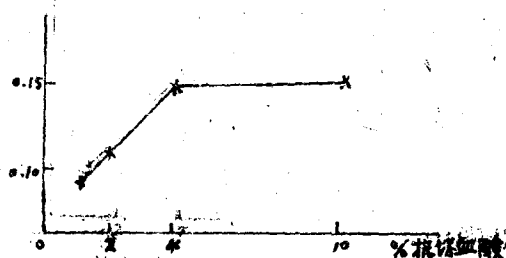


图1 抗坏血酸对钡吸收值的影响

Ba 吸收值随抗坏血酸加入量增加而增高，有效地消除了高氯酸存在的干扰。此法亦在测钡时采用。

三、屏蔽气体的选择

钡在不同屏蔽气体中灵敏度不同，（见表1）由于形成钡的氮化物，

表1 不同屏蔽气体对钡灵敏度的影响（ Ba 4毫克/克）

屏蔽气体	纯 氩	纯 氮	高纯氩
峰值数	22.0	9.9	11.5

在氮气中的灵敏度较纯氩约低一倍，如在氩气氛中再通以0.2升/分的1:9 V/V $\text{CH}_4\text{-Ar}$ 时，又可使灵敏度提高一倍左右（见表2）。

表2 通 $\text{CH}_4\text{-Ar}$ 对钡吸收的影响（ Ba 4毫克/克）

未涂层管		涂 层 管	
不通 $\text{CH}_4\text{-Ar}$	通 $\text{CH}_4\text{-Ar}$	不通 $\text{CH}_4\text{-Ar}$	通 $\text{CH}_4\text{-Ar}$
1.6	2.4	2.7	6.2

资料介绍，许多元素均可籍通入 $\text{CH}_4\text{-Ar}$ 混合气体提高灵敏度，如

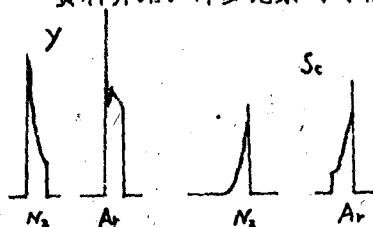


图2 不同气氛中的记忆效应

Al 、 Cr 、 Fe 、 Ni 、 Sn 、 V 、 Ti 等，可能是由于进一步减小氧化物生成的缘故。

此外，在氩气氛中可减小某些元素的记忆效应，如 Ba 〔5〕等（见图2），这可能是石

石墨表层在氮气氛下形成(ON)，挥发时，将残余部分带出。

四、阳离子的干扰

阳离子的干扰较为复杂，测钡时钙与钡形成不易解离的四氟钡酸钙，产生严重的负干扰。加入草酸及抗坏血酸后，干扰得到抑制（见石墨炉法测定岩石中低含量钡）。

钡对钡有正干扰，加入有机酸并不能使其得到改善，但加入钡盐后，干扰即可消除（见表3）。这是由于钡的存在，大大抑制了钡的电离。

表3 钡对钡的干扰及其消除（Ba量45微克）

加入Al量 微克/毫升	钡的吸收峰值读数		
	未加有机酸	加入 2毫克/毫升草酸 2毫克/毫升抗坏血酸	加入K ₂ O 毫克/毫升
0	32.2	32.2	44.0
100	34.2	34.4	44.6

石墨炉中许多元素的电离干扰不如乙炔火焰中严重，如钡在乙炔焰中电离度为75%，但在石墨炉中，钡，钠含量对钡的吸收几乎无影响。据资料^[6]介绍，直接注入干扰元素的方法较配成一份溶液加入时干扰严重。因此，由于情况不同，干扰变得复杂得多，应分析产生干扰的原因，采用正确的方法加以克服。

参 考 文 献

1. 马怡载等 热介石墨涂层石墨管在石墨炉原子吸收中的应用
中科院环化所，中科院研究所（内部资料）（1979）。
2. 陈友译，李家熙，分析化学，7 1.7（1979）。
3. 李家熙，颜茂弘，无火焰原子吸收法测定，岩石中的钡、锶。
地科院测试所（内部资料）（1980）
4. B.V.L. vov, Spectrochimica acta PartB
Atomic Spectroscopy, Vol. 33B, No5, 153（1978）
5. 李家熙，陈友译，无火焰原子吸收法测定钡
地科院测试所（内部资料）（1979）。
6. F.Bea-Barredo, P.Arias-Vasallo,
L.Polo-Diez, Chim. Geol., 23, 1V（1978）。

原子吸收火焰法测定岩石与矿物中痕量金

魏连壁 魏晓荣

(吉林省冶金地质勘探公司研究所)

岩石与矿物中PPb级金的测定是地质科研要求急需解决的问题。在缺少无火焰设备的情况下,我们开展了原子吸收火焰法测定痕量金的方法试验。首先在仪器的电源、火焰、雾化系统等方面采取一些改进措施,使仪器测量精度约提高了一个数量级,因而在量程扩展10倍的情况下仍可取得较高精度的数据。

其次,我们选择醋酸丁酯对金的萃取进行了试验。对萃取条件、干扰的消除、有机相乳化等问题进行了探讨。在解决上述问题和提高仪器测量精度的基础上,从而实现了简便、快速、准确的痕量金的火焰法测定。测定范围为 $0.002 \sim 1.0 \text{ g/T}$ 。方法的精密度和对偏差为5.4%。本法经过一年来不同地区、不同矿种的大量生产考验取得了满意的结果。

实验部分

一、仪器工作条件(见表1)

仪器:岛津AA—650原子吸收分光光度计

表1						
波 长	灯电流	通带	燃烧器高度	空气流量	乙炔流量	扩 展
2428Å	7mA	3Å	8mm	7.0升/分	0.3升/分	0-10倍

二、萃取条件试验

试验方法:取金标准5微克于100ml分液漏斗中加50% H_2SO_4 1(盐酸:硝酸)混酸20ml, 50%KBr 2ml用水稀释至100ml准确加入醋酸丁酯5ml,萃取1分钟,静置分层后有机相放入10ml比色管中按仪器选定条件进行测定。

按上述方法进行了不同酸度,溴化钾用量,水相体积变化,萃取时间,有机相用量,不同比例混酸,混酸的不同配法等条件的试验。试验结果证明:①酸度的变化对金萃取影响很小。小于8%和大于20%吸光度略有降低。②加入一定量KBr吸光度增加近一倍。③在同一酸度下水相体积从20ml增大到120ml吸光度不变。有机相随水相增大而减小,但浓度

不变。④金的氯化物易被萃取，纯溶液中30秒即可完全萃取。⑤5 ml 醋酸丁酯可以对20微克金完全萃取；⑥混酸的不同比例对金的萃取无影响，而浓酸先分别稀释再混合的配法使金的吸光度降低一倍。

三、共存元素干扰试验

按试验方法及选定仪器条件对下列元素进行了干扰试验。Ca, Mg, Al, K, Na, Mn, Ti, Cu, Ni, Cr, Co, Zn, Pb, Bi, V, Sb, Ca, Ga, Ag, Pt, Sn, Mo, W, Zr, Sr, Ba, H_2SO_4 , H_3PO_4 均无明显干扰。Fe产生正干扰。

经试验表明，Fe对金的干扰与酸度有关，10%酸度Fe不被萃取，而随酸度增大Fe被萃取量也增多，这对无金的样品将产生错误结果。

四、乳化问题

1. 由于个别样品在萃取时易产生严重乳化现象，使有机相水相不能分层，我们采用了轻轻摇荡代替剧烈振荡萃取，这样就避免了严重乳化现象的产生而收到与剧烈振荡同样的效果。

2. 有机相的混浊用离心机（每分 >2000 转）澄清三分钟即可消除。

五、分析方法与结果对照

称取10—20 g样品于50 ml瓷坩埚中，由低温升至650℃，焙烧2小时取出冷却，样品转入磨口三角烧瓶中加入1:1王水60—100 ml 低温煮沸20分钟，再降低温度蒸发至近干，冷后加60% H_2O_2 1 混酸2.0 ml，加热溶解盐类，冷至室温加50% KBr 2 ml，用水稀至100 ml，准确加入5 ml 醋酸丁酯，加盖摇荡萃取1分半钟，静置分层后将有机相倾入100 ml 分液漏斗中（少量残渣进入无妨）静置片刻将水相和沉淀物放出，有机相用10%磷酸氢二铵10毫升洗涤一次，再放出水相，将有机相放入离心管澄清3分钟后转入10 ml 比色管中，用与样品相同的萃取条件平衡过的醋酸丁酯作参比按选定仪器最佳条件进行测定。

2. 回收试验

按上述分析方法用矿石样品进行回收试验见表2。

表2 回收试验结果

样品号	加入金量(微克)	回收金量(微克)	回收率 %
79-1Au	0.1	0.1	100
岩-01	0.5	0.492	98.4
岩-01	2.0	1.96	98
岩-05	5.0	5.0	100
79-1Au	10.0	9.95	99.5

3. 样品对照试验

本法与脉冲极谱法测定结果对照如表3。

样品号	本法结果 E/T	原结果 E/T	原结果分析方法
标样	Q 16	Q 16	试金比色法
79-2Au	Q 039	Q 038	脉冲极谱法
79-1Au	Q 002	Q 002	"
Ar2-1	Q 002	Q 002	"
Ar2-2	Q 007	Q 006	"
Ar3-1	Q 018	Q 014	"
790809	Q 000	Q 000	"
790122	Q 090	Q 080	"
790124	Q 033	Q 030	"
790129	Q 002	Q 002	"
790816	Q 003	Q 002	"
24514	Q 014	Q 017	"

七. 讨论

1. 应用原子吸收光谱法测定PPD合金显然存在一定困难, 但设法使仪器的一些主要部位保持高度稳定状态, 以提高测量精度, 改善检测限, 并结合对合金的合金萃取可以实现对痕量金的快速准确测定。

2. 本法具有简便、快速、准确、成本低、适应范围宽等特点。

主要参考文献

1. 原子吸收分光光度分析(日)武内次夫等本正己
2. 原子吸收分析法 广东省韶关市科技局
3. JP-M1型脉冲极谱仪与数脉冲溶出法测定岩石中痕量金 本所