

火焰原子吸收光谱法测定铅锌混合精矿中的氧化镁

袁丽丽

(广东韶关冶炼厂质检室,韶关 512024)

摘要 对火焰原子吸收光谱法测定铅锌混合精矿中氧化镁的仪器工作条件,基体、杂质干扰,释放剂和酸度等进行了试验。在氯化锶和 EDTA 的盐酸介质中,采用空气 - 乙炔火焰测定氧化镁,不受铅、锌基体的干扰。方法简便、准确,线性范围为 $0 \sim 3 \mu\text{g}/\text{mL}$,相关系数 $r = 0.9997$,加标回收率为 98.8% ~ 102.6%, $\text{RSD} < 5.0\%$,测定范围为 0.01% ~ 3%。

关键词 氧化镁 铅锌混合精矿 火焰原子吸收光谱法 测定

测定铅锌混合精矿中氧化镁的含量尚无国家标准方法,测定铅精矿中氧化镁的国家标准方法有火焰原子吸收分光光度法^[1],该方法要求使用氢氟酸、高氯酸挥散硅。其它方法有二甲苯胺蓝光度法和 EDTA 容量法^[2],如硫化钠 - 铜试剂分离法、六次甲基四胺 - 铜试剂分离法等。这几种方法均需使用铂坩埚和用氢氟酸冒烟溶解,溶样手续繁琐,对器皿要求高,试剂毒性大,不利于人体健康和环境保护。笔者采用王水溶样,利用氯化锶和 EDTA 的盐酸介质,消除杂质元素的电离干扰,采用空气 - 乙炔火焰测定铅锌混合精矿中的氧化镁,方法简便、准确、快速、回收率高、精密度好、应用范围广,适于批量测定,是有实用价值的分析方法。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

原子吸收分光光度计:WYX-9003A 型,沈阳分析仪器厂;

盐酸、硝酸:分析纯;

氯化锶溶液:100 g/L;

EDTA 溶液:0.1 mol/L;

氧化镁标准储备液:0.1 mg/mL。准确称取 0.1000g 经灼烧的高纯氧化镁于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1),低温加热使其溶解完全,冷却后用水定容至 1 L;

实验用水为二次去离子水。

1.2 仪器工作条件

波长:285.2 nm;燃烧器高度:20 mm;灯电流:3.5 mA;单色器通带宽度:0.2 nm;空气流量:6 L/min;乙炔流量:1 L/min。

1.3 实验方法

量取适量氧化镁标准储备液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 氯化锶溶液、1 mL EDTA 溶液、2 mL

盐酸,用水定容,以试剂空白为参比,测定吸光度。

2 结果与讨论

2.1 介质酸度

在不同酸度的盐酸介质中,分别加入 1、2 mL 氧化镁标准储备液,按实验方法分别测定吸光度。当盐酸的体积分数为 1% ~ 3% 时,吸光度稳定。实验选择盐酸的体积分数为 2%。

2.2 EDTA 溶液的用量

精密量取 1、2 mL 氧化镁标准储备液,分别加入不同量的 EDTA 溶液(保护络合剂),按实验方法分别测定吸光度。测定结果表明,当加入 0 ~ 2 mL EDTA 溶液时,吸光度稳定,本实验选择加入 1 mL EDTA 溶液。

2.3 氯化锶溶液的用量

分别精密量取 1、2 mL 氧化镁标准储备液分别加入不同量的氯化锶溶液(释放剂),按实验方法分别测定吸光度,当加入 1 ~ 4 mL 氯化锶溶液时,吸光度稳定,本实验选择氯化锶溶液的用量为 2 mL。

2.4 干扰试验

按实验方法测定 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 氧化镁标准溶液,当相对误差在 $\pm 5\%$ 以内时,共存离子的允许量(mg)为:Pb²⁺(14)、Zn²⁺(12)、Fe(Ⅲ)(4)、SiO₃²⁻(2)、Cu²⁺(1.0)、Sb³⁺(0.6)、Ca²⁺、Al³⁺(0.4)、As³⁺、Cd²⁺(0.2)、Ag⁺(0.08)。以上干扰离子允许量已远远超过铅锌混合精矿中杂质的最高含量。

2.5 工作曲线

在选定的仪器条件下,测定系列氧化镁标准溶液的吸光度,以吸光度为纵坐标,以氧化镁标准溶液的浓度为横坐标,绘制工作曲线。氧化镁浓度在 0 ~ 3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内与吸光度呈良好的线性关系,其

线性回归方程为 $A = 0.128c + 0.003$, 相关系数 $r = 0.9997$, 检出限为 $0.021 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.6 样品分析

2.6.1 样品处理

准确称取 0.2000 g 矿样于 250 mL 烧杯中, 加少许水润湿, 加 10 mL 盐酸, 置于电热板上加热至 H_2S 赶尽, 加 $3 \sim 5 \text{ mL}$ 硝酸, 继续加热并蒸干, 取下, 加 5 mL 盐酸, 再蒸干, 赶尽硝酸, 加 $3 \sim 5 \text{ mL}$ 盐酸, 用水清洗表面皿及杯壁, 煮沸后取下冷却, 转移至 100 mL 容量瓶中, 用水定容, 摆匀。

按表1准确量取一定量的试样溶液于 100 mL 容量瓶中, 按实验方法进行测定。

表1 试样溶液的取样量

矿样中氧化镁的含量/%	试样溶液的体积/mL
0.01 ~ 1.0	10
1.0 ~ 2.0	5
2.0 ~ 3.0	2

2.6.2 精密度试验

对4个不同试样分别按实验方法进行测定, 结果见表2。由表2可知, 该方法测定结果的相对标准偏差小于 5.0% 。

2.6.3 回收试验

称取3份含氧化镁不同的试样(准确至 0.0001 g), 分别按样品处理方法进行处理后, 按实验方法分别测定吸光度, 然后分别加入不同量的 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$ 氧化镁标准储备液, 测定吸光度, 计算回收率, 结果见表3。由表3可知, 该方法的回收率为 99.8%

表2 精密度试验结果

样品编号	氧化镁含量/%	平均值/%	标准偏差/%	相对标准偏差/%
1	0.13 0.13 0.14 0.14 0.14 0.14 0.14	0.14	0.0049	3.5
2	0.20 0.20 0.19 0.20 0.18 0.20 0.19	0.19	0.0079	4.1
3	0.49 0.49 0.47 0.47 0.49 0.47 0.50	0.48	0.0125	2.6
4	0.60 0.60 0.58 0.58 0.61 0.60 0.61	0.60	0.0125	2.1

表3 回收试验结果

样品编号	本底值/ μg	加入量/ μg	回收量/ μg	回收率/%
1	280	100	99.8	99.8
2	400	300	296.4	98.8
3	960	500	513.0	102.6

$\sim 102.6\%$ 。

3 结语

用火焰原子吸收光谱法测定铅锌混合精矿中的氧化镁, 准确度高、精密度好, 操作简便、快速, 试剂毒性小, 适用于铅精矿、锌精矿、铅锌混合精矿中氧化镁的测定。对于编写锌精矿、铅锌混合精矿中氧化镁的国家标准测定方法, 修订铅精矿中氧化镁的国家标准测定方法具有参考价值。

参 考 文 献

- GB/T 8152.10 - 1989 铅精矿化学分析方法 火焰原子吸收分光光度法测定氧化镁量。
- 北京矿冶研究总院分析室. 矿石及有色金属分析手册. 北京:冶金工业出版社, 1990. 123

DETERMINATION OF MAGNESIA IN THE LEAD AND ZINC BULK CONCENTRATES BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY

Yuan Lili

(Quality Inspecting Center, Shaoguan Smelter, Shaoguan 512024, China)

ABSTRACT The conditions including apparatus parameters, matrix, impurity interference, releasing agent and acidity for the determination of magnesia by flame atomic absorption spectrophotometry have been investigated. It was found that, in hydrochloric acid agent in the presence of strontium chloride and EDTA, the determination of magnesia by air-acetylene flame was not interfered by lead or zinc matrix. This method is simple and accurate. The linearity is in the range of $0 \sim 3 \mu\text{g}/\text{mL}$ with a relative coefficient of 0.9997 . Recoveries are in the range of $98.8\% \sim 102.6\%$ and RSD is less than 5.0% . The measurement range is $0.01\% \sim 3\%$.

KEYWORDS magnesia, lead and zinc bulk concentrate, flame atomic absorption spectrophotometry, determination

欧盟拟修改食品标签法

欧盟拟修改食品标签法, 将有关食品标签说明及有关广告方面的法规整合为一部新法。若新的食品标签法获采纳, 向欧盟市场提供出口包装食品的生产商必须在标签上标注食品的所有成分。

原有的食品标签法规定, 食品无须列明分量不足 25%

的复合成分。新的食品标签法将取消这项规定, 食品标签必须列出所有复合成分, 特别是一些敏感成分。以往统称植物油的成分, 现在须准确标明植物油的种类, 如花生油等。此外, 天然味道也须标明来源, 如果仁等。食品包装上必须清楚列明的成分还包括含麦质谷物及相关产品、甲壳动物及相关产品、水果蔬菜及相关产品等。
(志)