

文章编号: 0254-5357(2007)02-0167-02

# 聚乙二醇快速澄清原子吸收分光光度法连续测定矿石中铜铅锌

王洪波, 王勇

(核工业新疆理化分析测试中心, 新疆 乌鲁木齐 830011)

**摘要:** 利用聚乙二醇的水溶性和高聚合性, 建立了原子吸收分光光度计连续快速测定矿石中的 Cu、Pb、Zn 的方法。矿石样品用 HCl-HNO<sub>3</sub>-HClO<sub>4</sub> 完全溶解, 在均匀的试液中, 选择聚乙二醇用量 3 mL, 澄清时间仅 2.5 h, 试液快速澄清。方法精密度 (RSD, n=5) 小于 5%, 加标回收率为 86.3%~106.0%。方法用于测定岩石国家标准物质中的 Cu、Pb 和 Zn, 结果与标准值相符。

**关键词:** 聚乙二醇; 原子吸收分光光度法; 试液; 铜; 铅; 锌; 矿石

**中图分类号:** O657.31; O652.4 **文献标识码:** B

## Continuous Determination of Copper, Lead and Zinc in Ore Samples by Atomic Absorption Spectrophotometry with Polyethylene Glycol as a Rapid Clarifier

WANG Hong-bo, WANG Yong

(Nuclear Industry Xinjiang Testing Center for Physical and Chemical Analysis, Urumqi 830011, China)

**Abstract:** Based on the characteristics of water-solubility and high polymerization of polyethylene glycol, a method for the continuous determination of copper, lead and zinc in ore samples by atomic absorption spectrophotometry after rapid clarification of the testing solution has been developed. The samples are completely dissolved with HCl-HNO<sub>3</sub>-HClO<sub>4</sub>. In the presence of 3 mL of polyethylene glycol, the testing solution is rapidly clarified within 2.5 h. The recoveries of the method for the elements are 86.3%~106.0% with precision of less than 5% RSD (n=5). The method has been applied to the determination of copper, lead and zinc in National Standard Reference rock samples and the results are in agreement with certified values.

**Key words:** polyethylene glycol; atomic absorption spectrophotometry; testing solution; copper; lead; zinc; ore

地质样品中 Cu、Pb、Zn 的测定, 常采用原子吸收分光光度法测定<sup>[1]</sup>, 样品采用 HCl-HNO<sub>3</sub>-HClO<sub>4</sub> 体系溶解完全后, 定容至一定体积, 制备成均匀的试液, 静置 5 h 以上, 待试液完全澄清后, 再用原子吸收法连续测试<sup>[2-3]</sup>。由于试液澄清时间过长, 影响分析效率。本文利用聚乙二醇具有水溶性和高聚合性的特点<sup>[4]</sup>, 尝试在已制备成均匀的尚未澄清的试液中, 加入一定量的聚乙二醇。实验表明, 试液快速澄清, 采用国家标样及加标回收验证, 方法可行, 提高了分析效率。

100 mL 容量瓶中, 用 0.32 mol/L HNO<sub>3</sub> 溶液稀释至刻度, 混匀。此混合标准工作液 Cu、Pb 浓度各为 100 mg/L, Zn 为 20 mg/L。

聚乙二醇-4000 (PEG-4000) 溶液: 称取 20 g PEG-4000, 溶于 100 mL 水中, 配制成 200 g/L 水溶液。

除 PEG-4000 为分析纯外, HCl、HNO<sub>3</sub>、HClO<sub>4</sub> 及其余试剂均为优级纯; 实验用水为去离子蒸馏水。

表1 仪器工作条件

Table1 Working conditions for instrument

元素	波长 λ/nm	灯电流 i/μA	狭缝宽度 d/nm	燃烧高度 h/nm	气体流量 v/(L·min <sup>-1</sup> )
Cu	324.8	9.0	1.3	7.5	2.2
Pb	283.3	9.0	1.3	7.5	2.2
Zn	213.9	9.0	1.3	7.5	2.0

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及工作条件

日立 Z-5000 型倒摆塞曼原子吸收分光光度计 (日本日立公司); 铜、铅、锌空心阴极灯 (日本日立公司)。仪器工作条件见表 1。

### 1.2 标准溶液及主要试剂

Cu、Pb、Zn 标准储备液: 在 0.32 mol/L HNO<sub>3</sub> 介质中, 用常规方法分别配制成 Cu、Pb、Zn 浓度均为 1.000 g/L 的标准储备液。

Cu、Pb、Zn 混合标准工作液: 分别移取 10.00 mL Cu 标准储备液、10.00 mL Pb 标准储备液、2.00 mL Zn 标准储备液于

### 1.3 实验方法

称取 0.2000 g 试样于 100 mL 烧杯中, 用少量水润湿, 加入 10 mL 浓 HCl, 盖上表面皿置于电热板上, 加热 5 min, 再加入 10 mL 浓 HNO<sub>3</sub> 和 2 mL HClO<sub>4</sub>。置于电热板上加热分解至冒烟近干, 取下稍冷。加入 5 mL 8 mol/L HNO<sub>3</sub>, 加

收稿日期: 2006-05-21; 修订日期: 2006-08-06

作者简介: 王洪波 (1968-), 女, 山东邹城市人, 工程师, 从事岩石矿物分析测试。E-mail: syywhb@163.com。

热至微沸,用少量水淋洗表面皿及杯壁,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,加入一定量的 PEG-4000。用水稀释至刻度,摇匀,静置。待试液澄清后,以试剂空白作参比,在原子吸收分光光度计上测量吸光度。

1.4 工作曲线

分别移取 0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.0 mL Cu、Pb、Zn 混合标准工作液于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 8 mol/L HNO<sub>3</sub> 及一定量的 PEG-4000,用水稀释至刻度,混匀,测定吸光度并绘制工作曲线。

2 结果与讨论

2.1 PEG-4000 用量对澄清时间的影响

试液澄清主要由静置的时间和聚合物决定。为了考察 PEG-4000 的用量对澄清时间的影响,采用国家标准物质 GBW 07301a、GBW 07304 进行不加和分别加入 1、3、5、7 mL PEG-4000 的试验,结果见图 1。

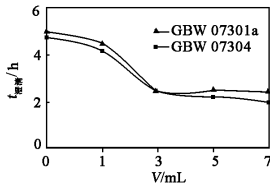


图 1 PEG-4000 用量对澄清时间的影响

Fig. 1 Effect of PEG-4000 dosage on clarification time

实验表明,随着 PEG-4000 用量增大,溶液澄清所需的时间逐渐缩短,加入量大于 3 mL 时,澄清时间在 2.0~2.5 h。本实验选择加入 3 mL PEG-4000,澄清时间为 2.5 h。

2.2 PEG-4000 用量对 Cu、Pb、Zn 测定的影响

按实验方法,对标样 GBW 07301a、GBW 07304 进行处理后,分别不加和加入 1、3、5、7 mL PEG-4000,测定 Cu、Pb、Zn 的吸光度,考察 PEG-4000 用量对 Cu、Pb、Zn 测定的影响。由表 2 结果可见,PEG-4000 用量在 5 mL 之内,测定结果稳定;用量大于 5 mL 时,结果重现性差。考虑到随着 PEG-4000 用量的增加,试液黏度也增大,容易阻塞仪器喷雾系统。本实验选用 3 mL 为最佳用量。

2.3 线性范围

按绘制工作曲线的步骤,加入 3 mL PEG-4000,在本实验选择条件下,对不同质量浓度的标准溶液进行试验。表 3 结果表明,Cu、Pb、Zn 三元素的线性相关系数均大于 0.999。

2.4 回收率

为了验证测定结果的准确性,取标准物质 GBW 07301a、

GBW 07311 按实验方法进行处理,在选择的条件下进行加标回收试验。表 4 结果表明,方法的回收率为 86.3%~106.0%。

表 2 PEG-4000 用量对 Cu、Pb、Zn 测定的影响

Table 2 Effect of PEG-4000 dosage on Cu, Pb, Zn determination

V <sub>PEG-4000</sub> /mL	吸光度 A (GBW 07301a)			吸光度 A (GBW 07304)		
	Cu	Pb	Zn	Cu	Pb	Zn
不加	0.0015	0.0005	0.0432	0.0019	0.0009	0.0492
1	0.0016	0.0005	0.0429	0.0021	0.0007	0.0499
3	0.0015	0.0005	0.0428	0.0020	0.0008	0.0501
5	0.0016	0.0006	0.0409	0.0020	0.0006	0.0504
7	0.0018	0.0008	0.0383	0.0015	0.0006	0.0478

表 3 方法的线性范围

Table 3 Linear range of the method for Cu, Pb and Zn determination

元素	线性范围	线性方程	相关系数
	$\rho_B / (mg \cdot L^{-1})$		
Cu	0~12	$A = 0.00043 + 0.024\rho$	0.9997
Pb	0~12	$A = 0.0014 + 0.008\rho$	0.9996
Zn	0~2	$A = 0.0099 + 0.165\rho$	0.9991

表 4 加标回收率试验<sup>①</sup>

Table 4 Recovery test of the method

元素	GBW 07301a				GBW 07311			
	标准值 m/μg	加入量 m/μg	测定值 m/μg	回收率 R/%	标准值 m/μg	加入量 m/μg	测定值 m/μg	回收率 R/%
Cu	5.6	5.0	10.5	98.0	15.8	15.0	31.7	106.0
Pb	6.2	5.0	11.5	106.0	127.2	130.0	239.4	86.3
Zn	18.0	20.0	37.0	95.0	74.6	75.0	152.6	104.0

① m/μg 表示 100 mL 溶液中各元素的质量。

2.5 准确度和精密度

准确称取国家标准物质 GBW 07301a、GBW 07310、GBW 07311、GBW 07304,按实验方法及选择的条件进行 5 次测定。由表 5 样品分析结果可见,方法的精密度(RSD, n=5)小于 5%,测定值与标准值相符。

3 参考文献

[1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析[M]. 3 版. 北京:地质出版社,1991:420-440.  
 [2] GB/T 3884.6-2000,铜精矿化学分析方法;铅、镉和镍量的测定[S].  
 [3] 张耀春. 原子吸收法连续测定铋及氧化铋中铜铅铁镉镍[J]. 岩矿测试,2003,22(1):70-72.  
 [4] 王克太,张彪,柴凤英,等. 聚乙二醇-硫酸铵-二溴羧基偶氮氯膦体系萃取分光光度法测定微量钡[J]. 岩矿测试,2006,25(1):39-41.

表 5 准确度和精密度试验

Table 5 Accuracy and precision tests of the method

标准物质 编号	Cu			Pb			Zn		
	测定值 (μg/g)	标准值 (μg/g)	RSD/%	测定值 (μg/g)	标准值 (μg/g)	RSD/%	测定值 (μg/g)	标准值 (μg/g)	RSD/%
GBW 07301a	26.7 27.1 27.8 28.7 27.9	28 ± 2	2.83	29.7 28.7 29.6 31.7 30.8	31 ± 4	3.59	93.7 91.8 90.3 92.1 89.5	90 ± 7	1.79
GBW 07310	21.8 22.1 22.5 22.8 23.1	22.6 ± 2.0	3.74	29.4 26.5 28.1 27.9 29.1	27 ± 3	4.06	50.3 48.7 49.5 48.1 46.8	46 ± 5	4.20
GBW 07311	80.7 78.2 79.5 81.3 80.2	79 ± 4	1.50	651.4 642.6 638.2 641.2 660.2	636 ± 34	1.39	390.2 378.5 385.4 375.4 389.1	373 ± 21	1.73
GBW 07304	36.2 36.7 36.9 37.9 38.4	37 ± 4	3.44	31.7 31.6 30.2 33.2 32.3	30 ± 7	3.45	112.3 107.8 105.7 110.3 99.2	101 ± 15	4.72