

# 氢化物发生-原子荧光法测定 焙烧钼精矿及钼铁中的锡

魏观春 张建利 任娟玲

(金堆城铝业公司 陕西 华县 714101)



**摘 要** 建立了一套氢化物发生-原子荧光法测定焙烧钼精矿及钼铁中锡的方法,研究了酸度、 $\text{NaBH}_4$ 浓度、载气流速等条件对检出限的影响,在优化工作条件下,对锡的检出限为 $0.2 \mu\text{g/L}$ ,试验效果好。

**关键词** 氢化物发生 原子荧光 测定 锡

**中图分类号:** TG115.3<sup>+</sup>35 **文献标识码:** A **文章编号:** 1006-2602(2002)01-0040-02

## DETERMINATION OF SN IN ROSTED MOLYBDENUM CONCENTRATES AND FERROMOLYBDENUM BY HYDRIDE GENERATION-ATOMIC FLUORESCENCE

Wei Guanchun Zhang Jianli Ren Juanling

(Jinduicheng Molybdenum Mining Corporation, Huaxian, Shaanxi, 714101)

**Abstract** Determination of Sn in roasted molybdenum concentrates and ferromolybdenum by HG-AFS was performed. Operation conditions such as acidity,  $\text{NaBH}_4$  concentration and carrier flow rate which affected sensitivity were optimized. The detection limit is  $0.2 \mu\text{g/L}$  for sn under optimum condition. And the experimental result is good.

**Key words** Hydride generation, Atomic fluorescence, Determination, Tin

## 1 引 言

氢化物发生的方法有两种:即酸性发生和碱性发生。目前大多数的分析方法均采用酸性发生方案<sup>[1]</sup>。但是由于锡是一个两性元素,而氢化物发生原子荧光法测锡所允许的酸性范围又很窄,这就决定了测定锡过程中对酸度的要求很严格,不好控制。本文在原子荧光与氢化物发生技术联用的基础上,提出用 $\text{H}_2\text{O}_2$ 和 $\text{NaOH}$ 消解样品,同时采用有机弱酸-酒石酸作为载流溶液(又可用作掩蔽剂),很好地解决了锡测定过程中酸度不好控制、灵敏度低等难题,从而建立了测定焙烧钼精矿及钼铁中锡的方法。

## 2 实验部分

### 2.1 主要仪器及试剂

AFS-2202型原子荧光光度计,附专用锡编码空心阴极灯(北京海光仪器公司)。

2%  $\text{NaBH}_4$ :称取4 g  $\text{NaBH}_4$ (A.R)溶于200 mL 1.5%  $\text{NaOH}$ 溶液中,完全溶解后摇匀,备用(现用现配);

8%酒石酸溶液:称取8 g酒石酸(优级纯)于100 mL水中,待完全溶解后摇匀,备用(现用现配);

40%  $\text{NaOH}$ :称取40 g  $\text{NaOH}$ (优级纯)溶于200 mL水中;

$\text{H}_2\text{O}_2$ (分析纯);  $\text{H}_2\text{SO}_4(1+1)$ ;

用锡( $100 \mu\text{g/mL}$ )标准贮备液(国家标准物质研究中心提供)配制标准溶液系列( $0 \sim 100 \mu\text{g/L}$ ),介质均为8%酒石酸溶液。

### 2.2 样品预处理

称取0.2000 g样品于100 mL烧杯中,加入少许水湿润,加8~10 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,盖上表皿待剧烈反应停止后,于电炉盘上加热至完全溶解,冷却后用水冲洗表皿及杯壁,蒸干。加2.5 mL 40%  $\text{NaOH}$ ,盖上表皿,于电炉盘上加热溶解,取下冷却,边摇边加入2 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4(1+1)$ ,于电炉盘上微沸1~2 min,取

收稿日期:2001-04-25

作者简介:魏观春,男,1971年生,1997年毕业于西北大学化学系分析化学专业,现在金堆城铝业公司冶炼厂从事化验分析技术工作。

下冷却后,用 8% 酒石酸稀释至 25 mL 比色管中摇匀,备用,与标准系列相同条件下测定,随带空白。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 工作条件的选择

##### 3.1.1 原子化器的观察高度

图 1 是原子化器观察高度与检出信号相对强度的关系,从图可看出当高度为 8 mm 时,信号强度最大,原子化效率最高,样品测定选择 8 mm。

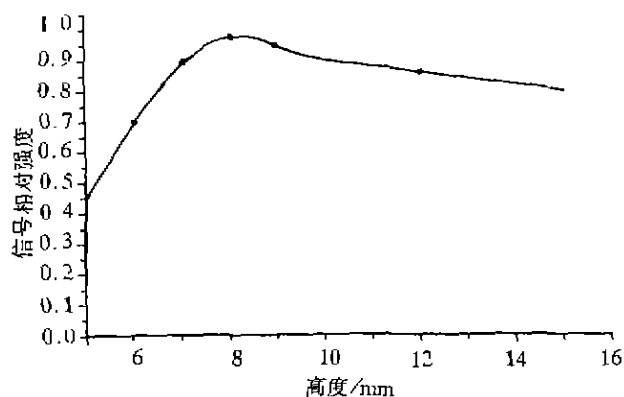


图 1 原子化器的观察高度与检出信号强度的关系

##### 3.1.2 灯电流的选择

增加灯电流能改善灵敏度,但灯电流太大将影响灯的寿命,综合负高压选择灯电流为 70 mA。

##### 3.1.3 载气、屏蔽气流速的确定

样品与硼氢化钠反应后生成的气态氢化物是由载气(Ar)携带至原子化器的,因此载气流速对样品的检出信号强度具有重要作用。表 1 列出了实测的载气流速与检出信号强度的关系。从中可见:较小的载气流速有利于信号强度的增强,但载气流速过小不利于氢-氩焰的稳定,因此在样品测定中选择载气流速为 300 mL/min,而屏蔽气的流速对检出信号强度没有显著影响,选用 800 mL/min。

表 1 载气流速与检出信号强度的关系

| 载气流速/mL·min <sup>-1</sup> | 200  | 300  | 400  | 500  | 600  | 700  | 800  | 900  |
|---------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 检出信号强度                    | 1.00 | 0.96 | 0.86 | 0.80 | 0.68 | 0.58 | 0.52 | 0.41 |

##### 3.1.4 NaBH<sub>4</sub> 浓度的影响

试验表明,当 NaBH<sub>4</sub> 浓度小于 2% 时,信号强度较弱;大于 2% 时由于氢化反应过于剧烈,使得信号强度反而降低,故试验采用 2% NaBH<sub>4</sub>。

##### 3.1.5 酸度的选择

试验选用 8% 酒石酸作为载流溶液,很好地解决了锡测定过程中酸度不好控制的问题。

#### 3.2 标准样品的分析结果

在样品中加入一定量待测元素,测定了 Sn 的回收率,结果见表 2,平均回收率为 95.6%,对标准系列测定的结果表明,标准曲线的回归系数大于 0.9990,说明本法是可靠的。

表 2 Sn 的回收率

| 序号 | 浓度/<br>μg·L <sup>-1</sup> | 加入 Sn 量/<br>μg·L <sup>-1</sup> | 测定结果/<br>μg·L <sup>-1</sup> | 回收率/% |
|----|---------------------------|--------------------------------|-----------------------------|-------|
| 1  | 1.8                       | 10.0                           | 11.3                        | 95.8  |
| 2  | 1.8                       | 20.0                           | 21.0                        | 96.3  |
| 3  | 1.8                       | 40.0                           | 39.6                        | 94.7  |

#### 3.3 方法灵敏度

根据随仪器所带手册提供的测定检出限方法,实测锡的检出限为 0.2 μg/L,与手册提供的技术指标基本吻合。

#### 3.4 实际样品分析

实际样品分析时,设定载气流速为 300 mL/min,屏蔽气流速为 800 mL/min,灯电流为 70 mA,负高压为 380 V,观察高度为 8 mm,原子化器温度为 200 °C (仪器出厂已设定好)。在进样 10 s 后开始读数,记录时间为 16 s,以峰面积计算样品中 Sn 的含量,表 3 为一些焙烧钼精矿及钼铁样品中 Sn 含量的测定结果。

表 3 焙烧钼精矿及钼铁样品中 Sn 含量的测定结果/μg·g<sup>-1</sup>

| 样品    | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7    | 8     |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|-------|
| Sn 含量 | 0.441 | 0.455 | 1.304 | 1.109 | 1.550 | 10.08 | 31.2 | 0.307 |

## 4 结 论

(1) 用 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 和 NaOH 消解焙烧钼精矿及钼铁样品,然后将此溶液与酒石酸反应发生氢化物,这种方法的优点是 Cu、Ni 等元素可以形成沉淀被分离(注意沉淀对被测元素的吸附),酸度比较容易控制。

(2) 本文建立的氢化物发生-原子荧光法测定焙烧钼精矿及钼铁中锡的方法,操作简便,快速,分析灵敏度高,值得推广和应用。