



## 火焰原子荧光光谱法测定矿石中银

### 一、方法提要

试样先后经盐酸与硝酸分解后，过滤，清液吸入空气-液化石油气火焰中，用火焰原子荧光光谱仪测定，通过与标准曲线比较定量。

### 二、试剂及其配制

盐酸（分析纯）；

硝酸（分析纯）；

2%（m/v）硫脲溶液：称取 20 g 硫脲于 1000 mL 蒸馏水中，并不断搅拌至完全溶解。

Ag 标准储备液：称取 1.0000g 高纯 Ag 于烧杯中，加入 20 mL 硝酸，低温加热溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用 1%（v/v）硝酸稀释至刻度，混匀，此溶液  $\rho(\text{Ag}) = 1000\mu\text{g/mL}$ ，或直接购买银标准溶液  $\rho(\text{Ag}) = 1000\mu\text{g/mL}$ 。

Ag 标准溶液：移取 1.00 mL Ag 标准储备液于 100 mL 容量瓶中，用 1%（v/v）硝酸稀释至刻度，混匀，此溶液  $\rho(\text{Ag}) = 10.00\mu\text{g/mL}$ 。

### 三、仪器及工作条件

SK-830 火焰法原子荧光光谱仪（北京金索坤技术开发有限公司）

特制银高性能空芯阴极灯

测银专用滤光片

空气压缩机

液化石油气

灯电流：（60~80）mA

光电倍增管负高压：（-220~-240）V

燃气流量：80 mL/min

载气流量：1600 mL/min

辅气流量：700 mL/min

### 四、分析步骤

#### 1、样品预处理

称取 0.2g（精确到 0.0001g）被测样品于 100 mL 烧杯中，加入 15 mL 盐酸，盖上表面皿低温加热 10 分钟，加入 5 mL 硝酸，加热煮沸 30 分钟，加入少量盐酸赶走硝酸，直至不冒出红棕色气体为止，加热蒸至尽干，后用 2%（m/v）的硫脲将样品定容于 100 mL 容量瓶中，摇匀，冷却，过滤，清液用仪器直接测定（如果样品浓度过大，分取后用 2%（m/v）的硫脲定容后再进行测定）。

#### 2、标准系列

准确吸取 10.00 $\mu\text{g/mL}$  的银标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL，分别置于 100 mL 容量瓶中，用 2%（m/v）硫脲溶

液稀释至刻度，即标准系列为 0.00、0.05、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，摇匀备用。

### 3、测定

设置好仪器最佳条件，点火后待仪器稳定数分钟后开始测试，将测定方式置于浓度测试，输入标准点浓度  $C_1$ 、 $C_2$ ……，分别测定  $C_0$ （标准空白，即 2% (m/v) 的硫脲）， $C_1$ 、 $C_2$ ……，即自动建立起标准曲线，随后即可直接对样品进行测定，记录数据。

具体分析过程及操作步骤见下列文字及图表叙述

建立软件分析方法前，分析员可先将银灯及银滤光片安装好，并点火，后开启计算机及仪器，以达到测试前预热仪器的目的。

1) 双击电脑桌面分析软件图标，单击动画并输入相应密码后即进入 SK 系列原子荧光光谱仪工作站，如下图 1；



图 1

2) 点击第一个图标新建测试，分析员输入文件名，选择通道类型及测试元素，并输入送样单位，文件描述为可选择输入项，见图 2，图 2 完成输入并点击“确定”按钮即进入图 3 参数设置界面，

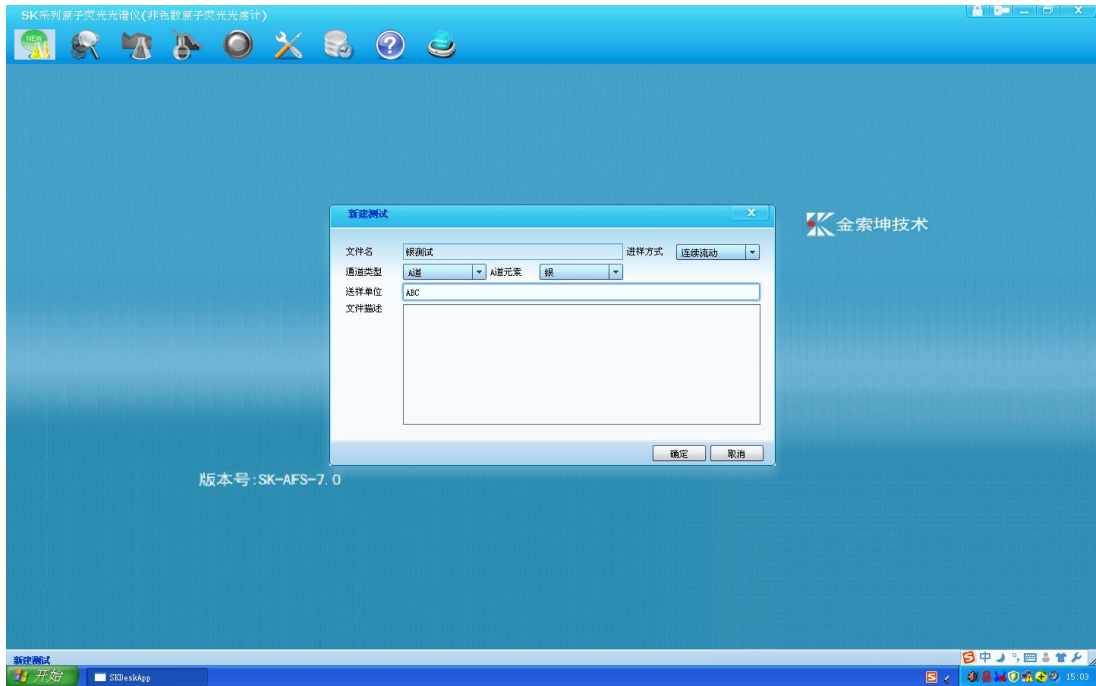


图 2

3) 按照所给仪器测试参数调整负高压及相关参数，并点击界面右下方“参数检测”按钮，如图 3 所示，表示仪器主机与软件已经通讯成功；



图 3

4) 点击软件界面第三个图标即进入浓度测试界面，开始进行标准曲线的设置，如图 4，可将测试次数设置为 1、2 或 3 次，浓度单位选择为  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，并将所配制的银系列标准溶液浓度输入  $C_1$ 、 $C_2$ …… $C_6$ ，如图 4 所示，后点击浓度输入界面右下角的“确定”按钮，即进入标准溶液测试界面；图 5~图 7 表示标准浓度点的测试过程，蓝色条带所在标准点表示此点为待测点，进样管吸入待测溶液

并平衡后点击测试曲线界面下方的“测试”按钮即可测试此标准点，亦或表示此点正在测试中，标准浓度点按顺序测试，待标准点测试完毕，点击“二测拟合”，并点击“标准曲线”，即出现如图 8 所示界面。



图 4

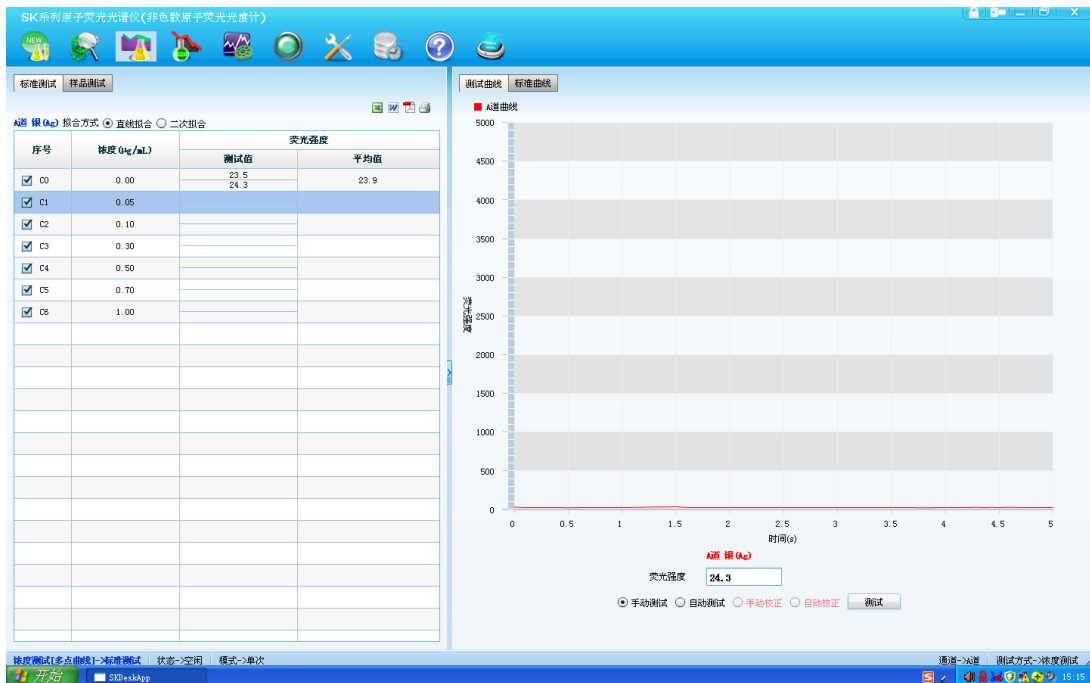


图 5

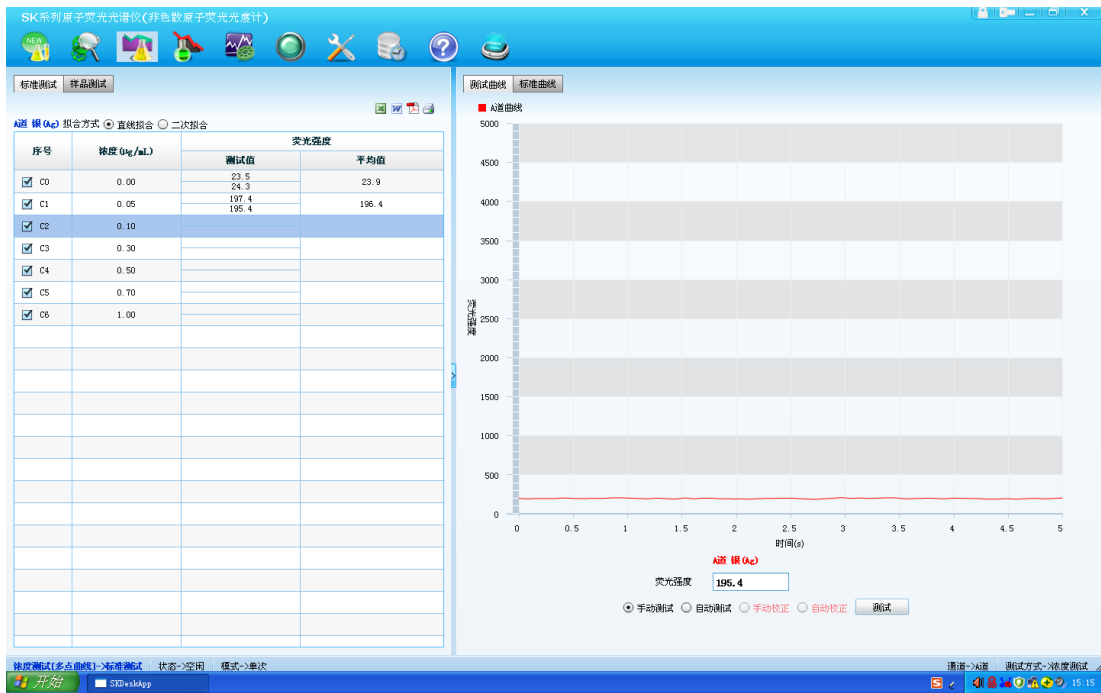


图 6



图 7

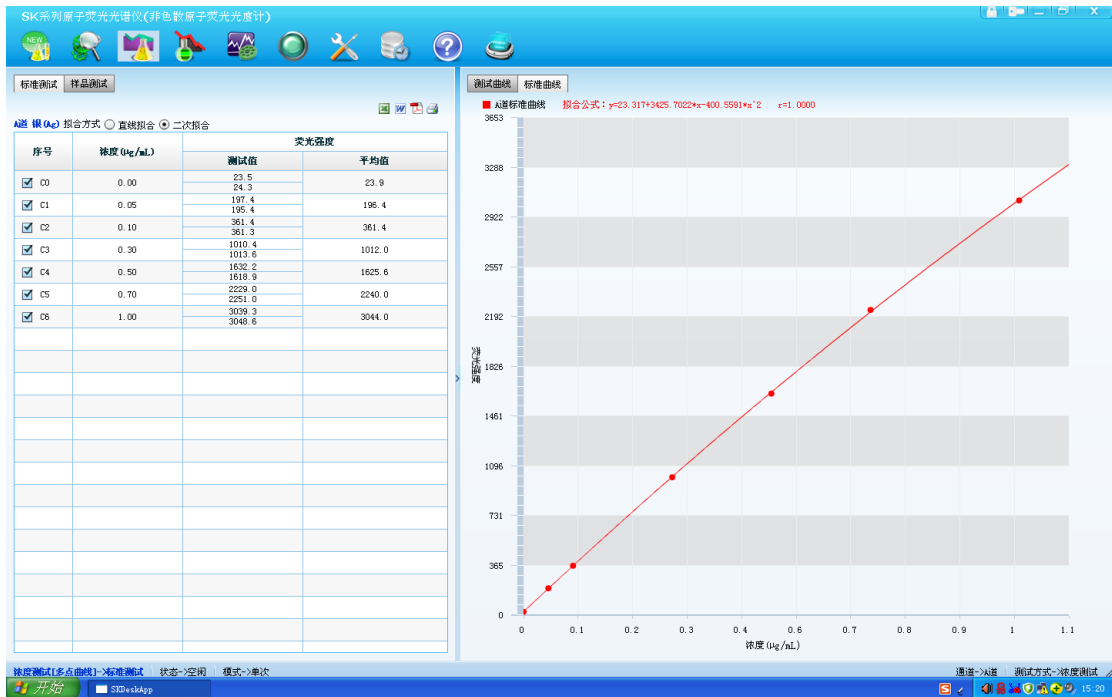


图 8

5) 标准曲线测试完成, 点击图 8 测试界面的“样品测试”, 即进入图 9 测试界面, 分析员根据所测试样品情况输入样品个数, 并可选择测试次数, 输入完毕点击“确定”即进入如图 10 所示样品测试界面, 单击选中所测样品后, 此样品行为蓝色, 点击测试曲线下方“测试”按钮即进行此样品的测试, 依次测试完所有样品, 并显示样品溶液浓度值, 如图 12;

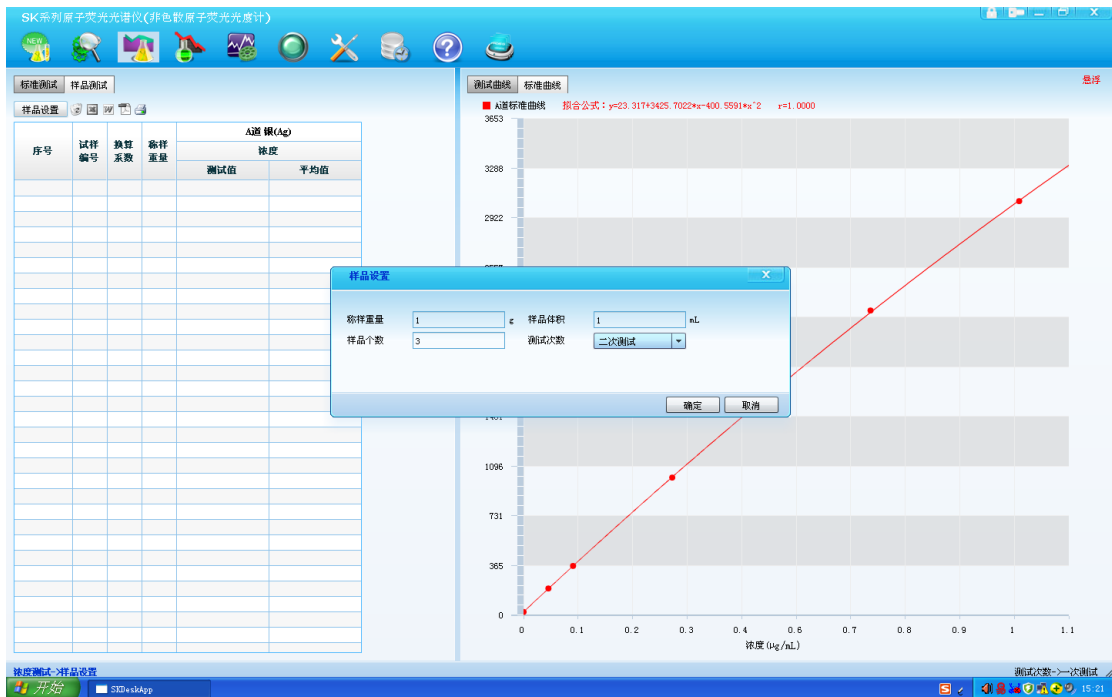


图 9

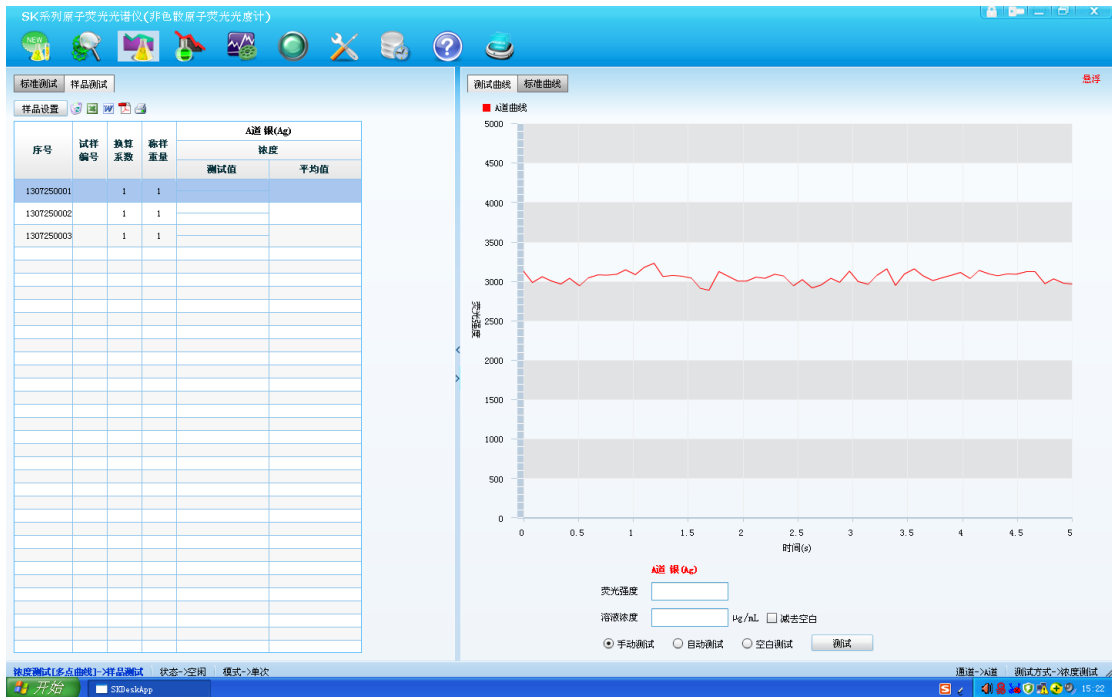


图 10



图 11



图 12

6) 软件具有数据处理功能，即输入样品定容体积及样品重量即可得出样品中的银含量，即银品位，如图 13 在进行第一个样品的数据处理：第一个样品溶液直接测得的浓度值为  $0.30 \mu\text{g}/\text{mL}$ （由图 12 可知），但样品前处理溶解时称样重量为  $0.2 \text{ g}$ ，溶解后最后定容体积为  $100 \text{ mL}$ ，所以点击第一个样品的“换算系数”格，并输入  $100$ ，点击第一个样品的“称样重量”格，并输入  $0.2$ ，再用鼠标点击此两格以外的任意位置，浓度列显示的结果即为银品位，单位为“ $\text{g}/\text{T}$ ”，同理，第二个样品称样重量为  $0.19 \text{ g}$ ，定容体积为  $100 \text{ mL}$ ，所以点击第二个样品的“换算系数”格，并输入  $100$ ，点击第二个样品的“称样重量”格，并输入  $0.19$ ，再用鼠标点击此两格以外的任意位置，浓度列显示的结果即为第二个样品的银品位，依此输入数据即得其它样品中银的品位，如图 14 所示，需要注意的是，若最终测试的样品浓度结果是分取试样溶液后的测试结果，则软件处理数据时，“换算系数”列输入的数值应是原定容体积与稀释倍数的乘积，即若样品稀释了  $5$  倍，“换算系数”列输入  $500$ ；

**备注：**此数据处理功能为软件的扩展功能，分析人员亦可直接根据图 12 测试结果，按照本方法第五部分所给公式计算最终结果。





图 13



图 14

7) 若要将测试的数据结果直接以报告的形式导出, 可点击图 14 中“样品设置”行右侧的文档图标, 即导出相应格式的报告, 如图 15 为将图 14 以“word”形式导出的报告格式。

**备注:** 由于使用软件扩展功能直接进行了数据处理, 此分析报告中银浓度单位为“ $\mu\text{g/mL}$ ”, 实际表示为“ $\text{g/T}$ ”。

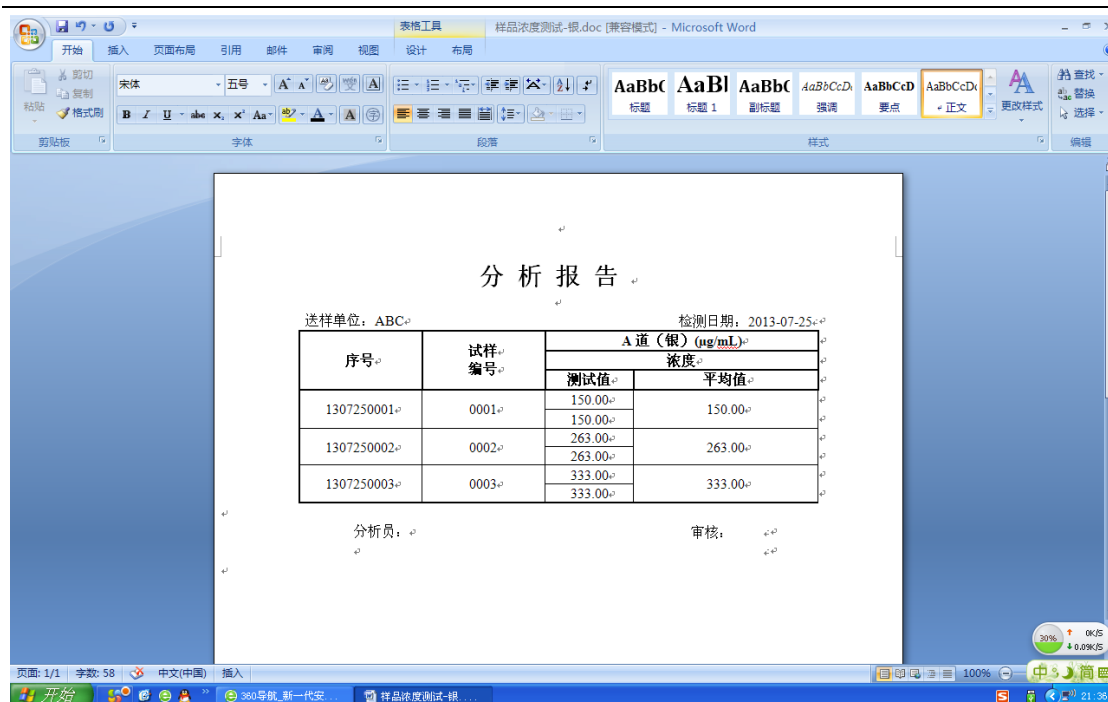


图 15

## 五、结果计算

分取试样溶液测定时的计算公式：

$$\omega_B / (\text{g/T}) = \frac{\rho_{B2} \times V_2 \times V_s}{m_s \times V_1}$$

式中： $\omega_B$ ——被测元素的品位，其中 B 指被测元素，此处指银；  
 $\rho_{B2}$ ——从工作曲线上查得试液中被测元素的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；  
 $V_s$ ——试样溶液的总体积，mL；  
 $V_1$ ——分取试样溶液的体积，mL；  
 $V_2$ ——分取试样溶液后再制备成试液的体积，mL；  
 $m_s$ ——称取试样的质量，g。

用全部试样溶液测定时的计算公式：

$$\omega_B / (\text{g/T}) = \frac{\rho_{B2} \times V_s}{m_s}$$

式中： $\omega_B$ ——被测元素的品位，其中 B 指被测元素，此处指银；  
 $\rho_{B2}$ ——从工作曲线上查得试液中被测元素的质量浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；  
 $V_s$ ——试样溶液的总体积，mL；  
 $m_s$ ——称取试样的质量，g。