

原子吸收法测定碳酸盐样品中微量银镉—氨溶液法的改进

原子吸收氨溶液法测定银镉，操作简便，速度快，灵敏度可达0.05ppm，基本满足化探要求。但此法不适用于碳酸盐样品，因为钙在氨溶液中形成： $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 形式的分子吸收。

本法采用草酸溶液使钙沉淀而达到分离钙的目的，此法效果较好也很稳定。

一、仪器与试剂

镉标准溶液：100 微克/毫升、10 微克/毫升及 2 微克/毫升（5% 盐酸）。

银标准溶液：100 微克/毫升及 10 微克/毫升（1% 硝酸）。

GGX-1型原子吸收分光光度计。

仪器工作条件

Working condition

元素	波长 Å	灯电流 mA	狭缝 mm	空气 流速 升/分	乙炔 流速 升/分	燃烧器 高度	标尺 扩展
Ag	3281	0.5	0.10	8	1.6	3	×4, ×10
Cd	2288	2	0.10	7	1.2	5	×4, ×10

光源：银、镉空心阴极灯。

二、实验方法

吸取银、镉标准溶液于 100 毫升烧杯中，加王水，放电热板上加热蒸至近干，准确加入 1:2 氨水 15 毫升，搅匀，倒入离心管中，喷入空气—乙炔焰测定消光值。

三、结果与讨论

1. 钙对原子吸收氨溶液法测银镉的影响：称定量纯碳酸钙于 100 毫升烧杯中，加少许水湿润，慢慢加入王水溶解。加入定量的银镉标准溶液。以下同实验方法。结果严重偏高。

2. 草酸沉淀分离钙对测定银镉的效果：称 1.000 克矿样，加定量纯碳酸钙，加王水加热溶解后，吸入定量的银镉标准溶液。蒸发到近干。准确加入 1:2 氨水 15 毫升，充分搅匀，沉淀铁铝等离子。放置片刻，倒入离心管中，以 1500 转/分离离心机离心 2 分钟。取上层清液约 10 毫升于另一离心管中，加草酸，充分振荡摇匀，放置片刻，以离心机离心 2 分钟。将清液喷入空气—乙炔焰，测定消光值。

试验结果表明加 1 克草酸对 0—200 毫克钙效果很好；加 2 克草酸对 200—400 毫克钙效果很好，使

镉和银的回收率几乎达100%。

本方法对含量1.48ppm的镉和0.98ppm的银，测定20次，相对标准偏差分别为3.37%和3.47%。

银镉分析结果(ppm)

Analytical results of Ag, Cd(ppm)

☆ 矿样号—银	本法	KI—MIBK aas	山东外检
1	0.25	0.26	0.28
2	0.25	0.24	0.27
3	0.30	0.30	0.33
4	0.20	0.23	0.28
5	0.10	0.12	0.15

矿样号—镉	本法	KI—MIBK aas
10C	0.20	0.15
53A	0.20	0.20
56B	0.20	0.18
57D	0.18	0.18
59A	0.20	0.20

☆ 属碳酸盐样品，但钙的含量未测。

3. 样品分析结果对照

四、样品分析

称取1.000克样品于100毫升烧杯中，加少许水润湿，加10毫升盐酸，煮沸10分钟，加硝酸5毫升，继续加热至矿样分解完全。低温浓缩至近干。准确加入1:2氨水15毫升，充分搅拌均匀，放置片刻。将上层混浊液倒入离心管中，以1500转/分离心2分钟。取上层清液10毫升，加草酸1克，充分振荡，放置片刻，离心2分钟。将清液喷入空气—乙炔焰，测定消光值。

测镉时用1:2氨水调零后，测其消光值。

标准曲线：取150毫升容量瓶若干只，分别吸入银镉标准溶液0、3、6……150微克银镉，加氨水50毫升及少量水，加草酸10克，以水冲到刻度，摇匀，测消光值。

注意事项

1. 王水溶矿时，切勿蒸干。
2. 加入草酸后的溶液，要在4日内测定完。
3. 标准系列中可不加草酸。

河北物探大队 邓士荣