

# 火焰原子吸收光谱法测定碳酸锰中 9 种杂质元素 Determination of 9 Trace Elements in Manganese Carbonate by FAAS

黄文琦, 罗 艳, 韦小烨, 邓卫利, 林文业

HUANG Wen-qi, LUO Yan, WEI Xiao-ye, DENG Wei-li, LIN Wen-ye

(广西分析测试研究中心, 广西南宁 530022)

(Guangxi Research Center of Analysis and Testing, Nanning, Guangxi, 530022, China)

**摘要:**用(1+9)盐酸溶液溶解碳酸锰样品,使用火焰原子吸收光谱法测定碳酸锰中 Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu 等杂质元素含量。结果表明,在试验范围内大量锰的存在对 K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu 的火焰原子吸收光谱法测定无影响,对 Pb、Cd、Cr 有负干扰,采用标准加入曲线法测定能消除此干扰;各元素的加标回收率为 91.3%~101.0%,每个样品平均进行 5 次测定的相对标准偏差  $RSD < 5\%$ 。该方法操作简便,分析速度快,结果准确。

**关键词:**火焰原子吸收光谱法 碳酸锰 杂质 元素

**中图分类号:**O657.3 **文献标识码:**A **文章编号:**1002-7378(2010)03-0284-03

**Abstract:**By dissolving samples with (1+9) hydrochloric acid, the trace elements such as Pb, Cd, Cr, K, Na, Ca, Mg, Fe, and Cu in manganese carbonate were measured by flame atomy absorb spectrum (FAAS) with standard addition method. Non-influence was observed in determining K, Na, Ca, Mg, Fe, and Cu. However, negative interference was detected in determining Pb, Cd, and Cr, which can be reduced by standard addition method. The results showed that the correlation coefficient of calculation curves was above 0.995. The percent recovery was between 91.3% and 101.0% and relative standard deviation ( $RSD$ ) was less than 5%. FAAS with standard addition method is simple, quick and precision in trace elements determination.

**Key words:**FAAS, manganese carbonate, trace, element

我国锰矿资源丰富,基础锰原材料如电解金属锰、电解二氧化锰、硫酸锰、碳酸锰等锰制品产量居世界前列。碳酸锰是产量较大的基础锰原材料<sup>[1]</sup>,主要用于电子工业的铁氧体软磁材料、陶瓷、其它锰盐制备等。近年来,随着世界各国对新能源材料的高度重视,碳酸锰的需求量越来越大,应用领域在不断拓展,因此对碳酸锰的品质也提出了更高的要求。比如要求碳酸锰振实密度大且粒径在 20~30 $\mu\text{m}$  均匀分布,纯度高,特别是锂电敏感杂质钾、钠、钙、镁、铁等元素含量低。这种高品质、精细化碳酸锰产品是制备

高品质化学二氧化锰、高品质四氧化三锰及锰酸锂的关键锰原材料,好的原材料对改善锂电池的放电容量、循环性能、电化学活性有重要促进作用<sup>[2]</sup>。在碳酸锰生产工艺中,Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu 元素是碳酸锰容易夹带的杂质,其含量的高低直接影响碳酸锰的质量。因此,简便、快速、准确地测定 Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu 元素的含量,是把握碳酸锰质量的关键。本文采用火焰原子吸收光谱法测定碳酸锰中 Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu 等杂质元素含量。

## 1 实验部分

### 1.1 实验材料

碳酸锰样品为不同工厂生产的不同批次产品,

收稿日期:2010-06-20

作者简介:黄文琦(1968-),男,工程师,主要从事化学分析与大型精密仪器分析工作。

产品为均匀的粉状。实验将试样粉碎至粒度小于200目,混匀备用。

### 1.2 仪器与试剂

主要实验仪器为德国耶拿 ZEEnit700P 原子吸收光谱仪以及仪器配套工作站。

国家标准物质:铅(Pb)、镉(Cd)、铬(Cr)、钾(K)、钠(Na)、钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、铜(Cu)元素标准溶液,浓度均为 $\rho(M)=1000\text{mg/L}$ 。标准使用液由元素标准溶液逐级稀释而得,水为超纯水。

### 1.3 仪器测定条件

经实验优化选择的仪器测定工作条件见表1。

表1 各元素的仪器测定工作条件

元素	波长(nm)	狭缝宽度(nm)	燃烧器高度(mm)	燃烧气流量(L/h)	灯电流(mA)
Pb	283.3	1.2	6	65	3.0
Cd	228.8	0.5	6	55	3.0
Cr	357.9	0.5	6	60	5.0
K	766.5	0.2	6	55	3.0
Na	589.0	0.2	6	70	3.0
Ca	422.7	1.2	8	70	4.0
Mg	285.2	0.5	6	55	2.0
Fe	248.3	0.5	6	55	2.5
Cu	324.8	0.5	6	55	3.0

### 1.4 实验方法

#### 1.4.1 各元素标准系列浓度配制

实验配制的各元素标准系列浓度见表2。

表2 各元素的标准系列浓度

元素	浓度( $\mu\text{g/ml}$ )					
	空白	标准1	标准2	标准3	标准4	标准5
Pb	0.00	0.25	0.50	1.00	3.00	5.00
Cd	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00	3.00
Cr	0.00	0.25	0.50	1.00	3.00	5.00
Ca	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	5.00
Fe	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	5.00
Cu	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	5.00
Mg	0.00	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00
K	0.00	0.25	0.50	1.00	3.00	5.00
Na	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00	3.00

#### 1.4.2 样品溶液制备

准确称取25.0000g样品于300ml烧杯中,加入100ml水和50ml(1+1)HCl溶液,盖上表面皿。在通风柜里,置于可控温电热板上低温加热使样品完全溶解,冷却后,移入250ml容量瓶中定容至刻度。直接测定Pb、Cd、Cr元素含量。将上述待测溶液经准

确稀释10倍后测定K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu元素含量。随同试样做空白。

#### 1.4.3 标准加入曲线法系列溶液的配制

分别准确移取上述各元素的标准系列溶液各5ml于10ml比色管中,然后在各元素标准系列溶液中加入上述测定Pb、Cd、Cr元素样品制备溶液和测定K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu元素样品制备溶液各5ml,盖好摇匀待测。

#### 1.4.4 标准加入曲线法系列溶液的测定

按选定的仪器测定工作条件,分别依次测定各元素标准加入法系列溶液和试剂空白溶液,计算机工作站自动绘制出标准加入法曲线后,计算出样品中元素的浓度。

## 2 结果与分析

### 2.1 溶样方法与酸度

碳酸锰易溶于稀酸,但是使用硝酸会使K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu元素的测定结果带来严重影响,而且硝酸对Pb、Cd、Cr元素的测定有负干扰,必须将试样消化液煮沸并蒸干以赶尽氮的氧化物。因此本文选用(1+9)盐酸溶液溶解试样,在10%以内的盐酸溶液酸度对K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu元素的测定不影响,由于采用标准加入曲线法,故标准溶液与试样溶液的混合液酸度完全一致,适合火焰原子吸收光谱法连续测定碳酸锰中Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu等多元素含量的测定

### 2.2 样品测定准确度

为了考察方法的可靠性,对样品进行加标回收实验。表3测定结果显示,碳酸锰中Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu元素的加标回收率为91.3%~101.0%。采用标准加入曲线法,能较好地克服大量锰基体对被测元素的干扰,具有良好的准确度。

表3 加标回收试验结果

分析元素	样品测定值( $\mu\text{g/ml}$ )	标准加入量( $\mu\text{g}$ )	测得总量( $\mu\text{g/ml}$ )	回收量( $\mu\text{g}$ )	回收率(%)
Pb	0.1571	62.5	0.3853	57.05	91.3
Cd	0.4018	125	0.8903	122.1	97.7
Cr	0.0993	62.5	0.3318	58.12	93.0
K	0.6795	1250	1.1836	1260	100.8
Na	0.7891	2500	1.7316	2356	94.2
Ca	0.3157	1250	0.8062	1226	98.1
Mg	0.2538	625	0.5014	619	99.0
Fe	0.4153	1250	0.9203	1262	101.0
Cu	0.2751	1250	0.7736	1246	99.7

表4 精密度试验结果

分析元素	样品平行测定值( $\mu\text{g/ml}$ )					平均值	RSD (%)
	1	2	3	4	5		
Pb	0.1491	0.1601	0.1583	0.1585	0.1598	0.1571	3.42
Cd	0.4113	0.3962	0.4061	0.3987	0.3967	0.4018	1.58
Cr	0.0987	0.0962	0.0999	0.1050	0.0967	0.0993	3.37
K	0.6783	0.6761	0.6976	0.6687	0.6768	0.6795	2.17
Na	0.7735	0.8370	0.7562	0.7412	0.8376	0.7891	2.05
Ca	0.3055	0.3216	0.3102	0.3191	0.3221	0.3157	2.19
Mg	0.2561	0.2510	0.2521	0.2587	0.2511	0.2538	1.31
Fe	0.4054	0.4100	0.4205	0.4293	0.4113	0.4153	2.91
Cu	0.2742	0.2750	0.2711	0.2785	0.2767	0.2751	1.35

### 2.3 方法精密度

从表4精密度试验结果可知,每个样品平行进行5次测定的相对标准偏差为1.31%~3.42%,由此可知该法测得的精密度高,重现性好。

### 3 结束语

火焰原子吸收光谱法测定Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu等元素含量是一个很成熟的方法,但是对于校准曲线法测定复杂基体中的元素时,由于校准曲线法标准溶液与试样溶液中大量基体存在很大差异,加上待测元素含量又较低,可能引起待测元素的负干扰。姚俊等<sup>[3]</sup>试验表明,试样中大量锰对钙、镁的测定无影响,对Pb的测定有负干扰,进而采用碘化钾络合,甲基异丁基酮萃取,分离大量锰,在有机相中用FAAS测定铅。李桂华等<sup>[4]</sup>采用一次称样,用1:1HNO<sub>3</sub>溶液溶样,电热套内低温加热溶解,煮沸并驱赶氮的氧化物,用标准加入原子吸收分光光度法连续测定锰粉中微量Fe、Pb、Sb、Ca和Cd 5种元素含量,测定结果令人满意。本文试验测定结果表明,采用标准加入曲线法,使标准溶液与试样溶

液的混合液基体和酸度完全一致,采取加大称样量,以利于微量的Pb、Cd、Cr元素含量的测定。样品中大量锰的存在对Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu的火焰原子吸收光谱法测定无影响,方法精密度和准确度能够满足分析的要求。该方法操作简便,分析速度快,结果准确,适用于碳酸锰中Pb、Cd、Cr、K、Na、Ca、Mg、Fe、Cu杂质元素含量的测定。

#### 参考文献:

- [1] 余国琮,李士雨,张凤宝,等.“化学工程与工艺”专业创新人才培养方案的制定与实践[J].天津大学学报:社会科学版,2004,6(1):1-5.
- [2] 诸爱士,张良全,周孝瑞,等.化工认识实习改革与基地建设[J].浙江科技学院学报,2003,15(1):43-46.
- [3] 姚俊,庞永.火焰原子吸收光谱法测定碳酸锰中铅、钙、镁[J].化学世界,1995,36(12):659-661.
- [4] 李桂华,柳全文,刘军深,等.原子吸收分光光度法连续测定锰粉中微量Fe、Pb、Sb、Ca和Cd[J].分析仪器,2006(3):27-29.

(责任编辑:韦廷宗)

(上接第283页)

为 $6.18 \times 10^{-8} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  ( $n=11$ ),对 $4.0 \times 10^{-6} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的5-磺基水杨酸进行测定,其相对标准偏差为0.39% ( $n=11$ )。该方法成功应用于强力霉素废水中5-磺基水杨酸的测定,相对误差在正常误差范围内,样品的测定回收率为98.1%~102.1%。该方法具有设备成本低、操作简单、选择性好、灵敏度高和线性范围宽等优点,便于实际应用。

#### 参考文献:

- [1] 邢东志,谢宝玲.5-磺基水杨酸合成工艺的改进[J].开封医学专学报,1996,15(1):23.
- [2] 欧阳华勇.5-磺基水杨酸的吸附研究[J].化学工业与工程技术,2008,29(2):14.

- [3] 王菊思,赵丽辉,匡欣,等.芳香化合物生物降解性研究[J].环境科学学报,1995,15(4):407-415.
- [4] 中华人民共和国卫生部药典委员会.中华人民共和国药典:二部[M].北京:人民卫生出版社,1990:54-60.
- [5] Saeed Shahrokhian, Abdollah Taghani, Ali Hamzeh-loei, et al. Potentiometric membrane sensors based on zirconyl (IV) phthalocyanine for detection of sulfosalicylic acid[J]. Talanta, 2004, 63:371-376.
- [6] 董奋强,吴惠玲.镀银液中磺基水杨酸的测定[J].电镀与精饰,1999,21(4):35-37.
- [7] 张凌,李德亮,崔节虎,等.紫外光谱法同时测定强力霉素废水中磺基水杨酸与对甲基苯磺酸[J].分析测试学报,2006,25(4):108-110.

(责任编辑:韦廷宗)