

基于原子吸收分光光度计火焰吸收法的矿样中 锌含量测定

陶兰芳*

(江西有色地质矿产勘查开发院, 南昌 330001)

摘要: **目的** 本研究旨在建立基于原子吸收分光光度计火焰吸收法的高效、准确测定矿样中锌含量的方法, 以满足各个领域对金属元素检测的日益增长的需求。**方法** 采用原子吸收分光光度计, 并结合预处理矿样、实验步骤、仪器测量条件的优化, 以及标准曲线的建立来进行锌含量的测定。**结果** 所建立的方法具有较高的精密度和准确度, 加标回收率为 99.1%~99.9%, 相关系数为 0.9998。方法检出限为 0.1 $\mu\text{g/mL}$, 表明该方法具备良好的定量分析能力。**结论** 本法不仅具有高灵敏度和选择性, 而且操作简便、结果可靠, 对于环境保护和资源优化利用具有重要意义。**关键词:** 原子吸收分光光度计; 火焰吸收法; 矿样; 锌元素

Determination of zinc content in mineral samples by flame absorption method based on atomic absorption spectrophotometer

TAO Lan-Fang*

(Jiangxi Nonferrous Geological and Mineral Exploration and Development Institute, Nanchang 330001, China)

ABSTRACT: Objective This study aims to establish an efficient and accurate method for the determination of zinc content in mineral samples based on the flame absorption method of atomic absorption spectrophotometer, in order to meet the growing demand for metal element detection in various fields. **Methods** The zinc content was determined by atomic absorption spectrophotometer, combined with pretreatment samples, experimental procedure, optimization of instrument measurement conditions and establishment of standard curve. **Results** The established method has high precision and accuracy, the recovery rate is 99.1%~99.9%, and the correlation coefficient is 0.9998. The detection limit of the method was 0.1 $\mu\text{g/mL}$, indicating that the method had good quantitative analysis ability. **Conclusion** The method has not only high sensitivity and selectivity, but also simple operation and reliable results, which is of great significance for environmental protection and optimal utilization of resources.

KEY WORDS: atomic absorption spectrophotometer; flame absorption method; mineral samples; zinc element

0 引言

随着工业化和技术的迅速发展, 金属元素的分析与检测在环境、食品安全和生物医学等领域中变得愈发重要。锌作为一

种重要的微量元素, 对于生物体的正常生长、免疫系统的正常运作以及多种酶的活性维持具有关键作用。因此, 对于矿石和环境样品中锌含量的准确测定成为保障人类健康和可持续发展的关键一环^[1]。传统的分析方法往往面临着繁琐、耗时且

* 通信作者: 陶兰芳, 工程师, 研究方向: 化学分析。E-mail: tao.lf@163.com

*Corresponding author: TAO Lan-Fang, Engineer. No. 938 Yingbin North Road, Qingyunpu District, Nanchang 330001, China. E-mail: tao.lf@163.com

对试剂要求严格的挑战。火焰原子化法的操作流程简单,易于操作和重现,并且有效光程较大,有助于提高测量的准确性。由于操作简便和较高灵敏度,火焰原子吸收分光光度计在多个领域得到了广泛应用。本研究旨在探究基于原子吸收分光光度计的火焰吸收法在测定矿样中锌含量方面的应用,为锌元素分析提供更为可靠的手段。

1 材料与方法

1.1 实验部分

原子吸收分光光度计(北京海光仪器 GGX-600);电子天平(赛多利斯科学仪器 CP124S);自动数显电热板(深圳市博大精科技 HTL-600EX);空气压缩机(德耐尔节能科技 DA-5);20 mL 量杯;5 mL 和 10 mL 移液管;100、250 和 500 mL 容量瓶;锌标准溶液(国家有色金属及电子材料分析测试中心);盐酸、硝酸,均为分析纯(国药集团化学试剂有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 预处理矿样

在分析过程中,准确称量 0.1000 g 的精矿和 0.2000 g 的尾矿。将样品移至 250 mL 烧杯,用适量蒸馏水湿润处理。使用 15 mL 盐酸,放置在电热板上低温加热 10 min,随后加入 5 mL 硝酸直至完全溶解,取下并稍冷却,同时制备空白样品作为参照。将样品液转移到 250 mL 容量瓶中,用蒸馏水清洗烧杯,倒入容器,水蒸气定容,搅拌均匀^[2]。为减少杂质影响,等待 2 h 以上使样品溶液澄清静置,杂质沉底,避免堵塞进样管道。

1.2.2 实验步骤

对于乳化残渣的处理,放置于 100 mL 的烧杯中,添加适量清水对试样予以湿润。然后,逐步向其中加入 20 mL 的浓盐酸,并以表面皿进行覆盖,以此防止蒸发情况的发生。利用电热板在沸水之中持续加热 5 min,去除多余的硫化氢气体。缓慢加入 5 mL 的浓硝酸,继续加热直至试样完全溶解。对烧杯进行漂洗操作,将残留的水分蒸发至干燥状态^[3]。

采用稀盐酸对烧杯的杯壁加以清洗,再次对溶液进行加热处理,促使其达到澄清的状态。待冷却完毕,将其转移至 100 mL 的容量瓶中,稀释至刻度。均匀地摇晃容量瓶,以使试液能够充分沉淀。静置 1 min,等待其自然稳定。根据相应的操作规程,把试液引入空气-乙炔火焰之中,进而对元素 Zn 的标定测量工作。

1.2.3 仪器测量条件

在进行仪器测量操作时,需要注意灯电流输出值、测量波长选择、狭缝宽度调整以及火焰类型确定等,如表 1 所示。在测量锌元素时,采用锐线光源(即锌空心阴极灯)作为光源^[4]。为确保结果准确可靠,需注意锌形成无法熔融氧化物,使其原子化效率受火焰状态和燃烧器高度影响较大。因此,实际测量中需精心调控燃烧器高度和乙炔、空气混合比例,确保产生还原性火焰进行锌元素测量。

表 1 仪器测量条件

Table 1 Instrument measurement conditions

测量条件	锌	测量条件	锌
灯电流(mA)	3	狭缝宽度(nm)	0.5
测定波长(nm)	213.9	火焰类型	中性

1.2.4 标准曲线

为了准确定量分析样本中的锌含量,首先从实验装置中抽取 10 mL 锌标准液,并移入 100 mL 容量瓶中。其次,每瓶中滴加 25 mL 的盐酸,调整溶液的 pH 值。然后,加入蒸馏水稀释至刻度线。最后,轻微摇晃容量瓶确保锌离子均匀分散,以确保测量准确。配置出 0、0.5、1.0、2.0、4.0、8.0 $\mu\text{g/mL}$ 锌标准系列溶液,利用原子吸收分光光度测定锌元素波长^[5-6]。

2 结果与分析

2.1 不同酸及酸度对吸光度的影响

当盐酸和硝酸的浓度处于低于 8% 的水平时,对于目标元素的检测结果所产生的影响相对较小。在实际的实验操作环节中,可以选取相对较低的盐酸和硝酸浓度来进行检测工作,从而避免显著误差的出现。值得注意的是,当高氯酸的浓度低于 4% 时,会对检测结果造成一定程度的影响。在实验的设计规划以及具体执行过程中,需要尤为关注对高氯酸浓度的精准控制^[7]。在对样品进行处理时,对于氯酸的选择和运用必须审慎对待,务必保证其浓度处于可接受的范围内,以此来维系准确无误的检测结果。此外,当硫酸的浓度较高超过 1% 时,可能会对目标元素的检测产生相应的影响。因此,在实际的检测流程之中,必须对硫酸浓度予以控制,以契合硫酸浓度的特定要求,最大程度地降低其对检测结果所带来的负面效应。

2.2 校准曲线

将锌标准液放入原子吸收光度计进样器,生成标准工作溶液并测定吸光度,以质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,建立标准曲线。以待测元素浓度和吸光度制作曲线,得出线性方程和相关系数,相关数据结果如表 2 所示。Zn 元素在各自的浓度范围内线性关系良好, r^2 为 0.998,实验数据在该回归方程式下具有较高的线性相关性,表明标准曲线拟合度较好。

表 2 标准曲线

Table 2 Standard curve

锌浓度($\mu\text{g/L}$)	吸光度值(A)	回归方程式	线性相关系数 r^2
0.00	0.0000		
10.0	0.0271		
20.0	0.0543	$y=0.558x+0.0002$	0.9998
30.0	0.0833		
40.0	0.1091		
50.0	0.1351		

2.3 方法检出限

用公式(1)计算方法检出限^[8-9]:

$$MDL = t_{(n-1,0.99)} \times S \quad (1)$$

式中:MDL 为方法检出限; n 为样品的平行测定次数; t 为自由度为 $n-1$,置信度为 99% 时的分布(单侧); S 为 n 次平行测定的标准偏差。

当 n 为 7 次,置信度为 99%, $t_{(n-1,0.99)}=3.143$ 。以 4 倍的样品检出限作为测定下限,即 $RQL=4 \times MDL$,检出限计算结果如表 3 所示。

由表 3 数据可以看出,经过 7 次平行测定,空白测定值的

平均值为 0.418 $\mu\text{g/mL}$ 。标准偏差为 0.028 $\mu\text{g/mL}$ ，表明测定值相对稳定，离散程度相对较小，方法的重复性和准确性较高，方法的检出限为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 要求。

表3 方法检出限
Table 3 Method detection limit

测定次数	空白测定值 ($\mu\text{g/mL}$)	平均值 ($\mu\text{g/mL}$)	标准偏差 ($\mu\text{g/mL}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/mL}$)
1	0.442			
2	0.448			
3	0.415			
4	0.44	0.418	0.028	0.1
5	0.408			
6	0.405			
7	0.37			

2.4 加标回收实验

为了进一步验证实验方法的准确性和可靠性，进行加标回收实验。称取 3 份 10 mL 的锌标准溶液，按照上述样品处理方法制备试样溶液，然后运用原子吸收光谱对其中锌元素的含量进行测定。在不同的实验样品中，分别加入 3 个水平的标准溶液，然后计算加标回收率^[10]。

结果如表 4 所示，Zn 的加标回收率处于 99.1%~99.9% 的范围之内，实验方法具备高度的准确性和可靠性，能够满足日常实验分析的质量控制要求，并且可以切实应用于矿石中锌金属元素含量的测定工作。

表4 回收率试验结果
Table 4 Recovery rate test results

元素	样品测定值 ($\mu\text{g/mL}$)	加标量 ($\mu\text{g/mL}$)	加标测定值 ($\mu\text{g/mL}$)	回收率 (%)
Zn	0.2150	0.05	0.2659	99.8
	0.2154	0.10	0.3152	99.8
	0.2152	0.15	0.3654	99.1

2.5 精密度

采用本方法对矿石样本中锌金属元素含量进行 6 次平行测定，结果取平均值，如表 5 所示^[11]。可以看出，6 次测定 Zn 元素平均含量为 2.5441 $\mu\text{g/mL}$ ，RSD 小于 5%，数值低于可接受标准，表明实验方法具有较高的精密度。精密度的高低直接影响实验结果的可靠性，本次实验 RSD 值较低，在重复测定过程中，实验操作的稳定性和结果的一致性较好。

表5 精密度试验结果表
Table 5 Precision test results table

测定次数	含量($\mu\text{g/mL}$)	平均值	RSD%
1	2.5431		
2	2.5384		
3	2.5462		
4	2.5407	2.5441	0.16
5	2.5465		
6	2.5498		

3 讨论与结论

本文建立的原子吸收分光光度计火焰吸收法的矿样中锌含量的测定方法具有较高的重复性和一致性。实验中使用的灯电流、波长、狭缝宽度、火焰类型等参数，使用锐线光源和 213.9 nm 波长可以提高测量的选择性和灵敏度，而 0.5 nm 狭缝宽度则有助于平衡分辨率和信噪比。此外，火焰的类型和状态直接影响元素的原子化效率，因此，通过调整燃烧器的高度和气体比例，能够优化锌元素的原子化过程，从而确保测量结果的准确性。

本方法加标回收率在 99.1%~99.9% 之间，相关系数为 0.9998，表明所提方法具备良好的定量分析能力。首先，火焰原子吸收分光光度计的高灵敏度和选择性为锌元素的准确测定提供了技术保障；其次，严格的样品预处理和精确的实验操作减少了误差的产生；最后，通过优化的测量条件，能够提高锌元素的原子化效率，从而获得更加准确的测量结果。

所建立的方法为矿石中锌元素的分析提供了一种简便、快速并具有高选择性的工具，可以准确测定矿石中的锌含量，对于环境保护和资源优化利用具有重要意义，有助于推动可持续的矿产资源开发。虽然本方法在实验中表现出了优越的性能，但在实际应用中可能需要根据不同矿样的特性进行适当的调整。未来的研究进一步探索和优化测量参数，以提高方法的普适性，以及该方法在不同类型矿石及复杂基质样品中的应用，同时可以考虑与其他检测技术联合使用，以实现更全面的元素分析。

参考文献

- [1] 罗凌云. 原子吸收分光光度计火焰吸收法测定矿样中锌的含量[J]. 世界有色金属, 2023, (15): 142-144.
- [2] 卢嘉, 张迪, 何晓等. 原子吸收分光光度计火焰吸收法测定矿样中锌含量不稳定因素研究[J]. 有色矿冶, 2019, 35(05): 53-56.
- [3] 顾晓丹, 阮育淑. 全自动消解-火焰原子吸收法测定土壤中的铜、锌、铅、镍、铬[J]. 化工设计通讯, 2023, 49(05): 27-28, 94.
- [4] 李冬梅, 王洪刚. 火焰原子吸收法测定铝镁稀土合金中镁元素[J]. 中国有色冶金, 2021, 50(04): 96-98.
- [5] 李理, 王锦亮, 宁门翠, 等. 火焰原子吸收法测定高铁闪锌矿中低含量铜[J]. 昆明冶金高等专科学校学报, 2021, 37(03): 26-29.
- [6] 范东山, 邢婕, 边忠鹏, 等. 火焰原子吸收法测定土壤中铜和锌的方法验证[J]. 河南科技, 2021, 40(11): 138-140.
- [7] 陈晓玲. 火焰原子吸收分光光度法测定水质中锌的参数优化及实验研究[J]. 化学工程与装备, 2024, (06): 125-127, 141.
- [8] 邓伟, 侯涛. 石墨炉原子吸收法测定一回路冷却剂中锌的方法研究[J]. 核科学与工程, 2024, 44(02): 443-447.
- [9] 李伟明. 火焰原子吸收光谱法测定岩石样品中铜、铅、锌的研究[J]. 安徽化工, 2024, 50(02): 165-169.
- [10] 吕慧. 火焰原子吸收光谱法测定饮用天然矿泉水中锌、锂、锶的方法验证[J]. 食品安全导刊, 2023, (25): 45-47.
- [11] 陈文彬. 原子吸收光谱测定味精中锌元素不同前处理方法的比较[J]. 工业微生物, 2022, 52(06): 21-26.

作者简介

陶兰芳, 工程师, 研究方向: 化学分析。