

Atomic Absorption

作者:

Ken Neubauer

Shanice Lim

PerkinElmer, Inc.

原子吸收光谱仪 (PinAAcle 500) 在贵金属检测中 的应用

介绍

在稀有金属开采过程中, 通常需要经过将地面开采和复杂的样品处理程序方能得到我们感兴趣的元素。最常见的分离目标方法是高温熔炼法, 得到矿物合金的粗锭, 将合金

锭用合适的酸溶解后进行分析; 通过采样数量和分析结果确定出该地区目标元素的含量范围。在传统的检测方法中, 原子吸收分光光度法因其分析快速、使用成本低廉、操作简单、结果稳定可靠而被广泛采用。在分析过程中, 如何很好的消解合金锭并不至于目标元素损失, 同时最大限度的降低检出限成为需要注意的重点。

实验部分

所有实验数据都是在珀金埃尔默pinaacle™500原子吸收光谱仪上获得, 在测定过程中, 采用了10厘米的燃烧器, 同时根据表一中的优化条件进行实验。为了提高灵敏度并获得稳定的测试结果, 我们做了以下优化: 1、采用手动自吸高灵敏度雾化器, 并去掉撞击球前面的垫片; 2、对气体流量进行优化; 3: 所有的分析采用3秒积分时间和平行测定三次取平均值。

配制标准曲线时采用2%的硝酸 (铜, 银) 或者15%王水 (金, 钯, 铂) 和样品溶解基体一致, 减少基体的干扰。

Table 1. PinAAcle 500 AA spectrometer instrumental conditions.

Parameter	Gold (Au)	Palladium (Pd)	Platinum (Pt)	Copper (Cu)	Silver (Ag)
Wavelength (nm)	242.80	244.79	265.94	324.75	328.07
Slit (nm)	0.7	0.2	0.7	0.7	0.7
Lamp	HCL	HCL	HCL	HCL	HCL
Air Flow (L/min)	4.40	4.40	4.40	4.40	7.80
Acetylene Flow (L/min)	1.58	2.02	2.02	1.86	2.02

Table 2. Low-level calibrations.

Element	Calibration Standards (µg/L)	Calibration Type
Au	50, 60, 70, 80	Linear Through Zero
Pd	50, 60, 70, 80	Linear Through Zero
Pt	500, 750, 1000, 1250	Linear Through Zero
Cu	10, 20, 30, 40	Linear Through Zero
Ag	5, 10 20, 30	Linear Through Zero

结果及讨论

低含量范围的标准曲线的线性线性回归均> 0.999, 标准曲线最低点即吸光度大于校准空白点的吸光度的相对标准偏差 (RSD) 小于5%。对于每一个元素低含量都可以准确测量, 但RSD均大于5%, 结果考虑到小数字的统计偏差原因。表2显示了各元素标准曲线的浓度范围。表3给出了标准曲线中间点回测点的回测结果及其回收率。

Table 3. Mid-level standard quantitative read back.

Element	Standard (µg/L)	Read-Back (µg/L)	% Recovery
Au	65	67.7	104
Pd	65	69.2	106
Pt	850	836	98
Cu	25	24.1	96
Ag	15	14.5	97

各元素的标准工作曲线如下:

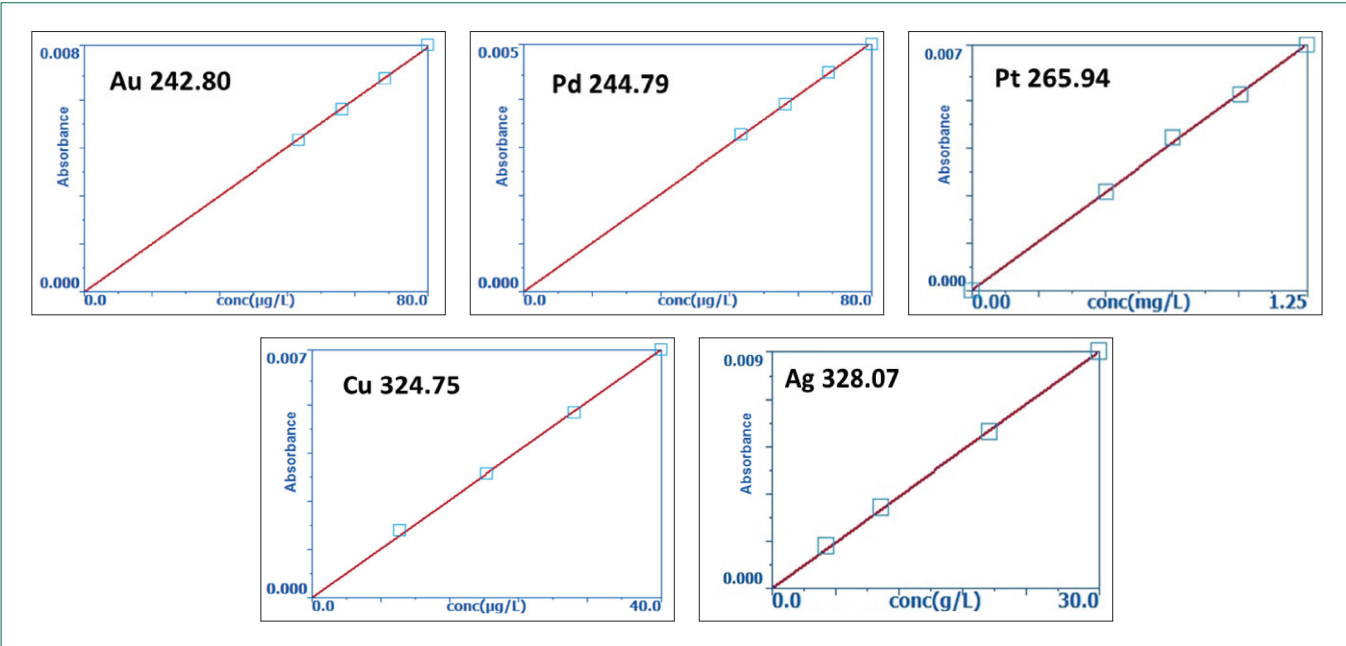


Figure 1. Low-level calibration curves for gold, palladium, platinum, copper, and silver.

由于贵金属检测中检测限是非常重要的技术指标, 在相同的测定条件和采用相同的标准曲线连续测定情况下, 依据以下公式我们得到其检测限如下:

$$\text{检测限 (DL)} = \frac{(3 \times SD \times CC)}{0.0044}$$

SD: 测定多次的标准偏差

CC: 该元素的特征浓度

特征浓度取决于标准物质的吸光度, 通过以下公式计算得到:

$$\text{特征浓度 (CC)} = (\text{浓度} \times 0.0044) / \text{吸光度}$$

分别得到各元素的检测限如表4所示:

结论:

这项工作证明的pinaacle 500 AA光谱仪具备精确测定矿石熔融合金锭中低含量金, 钯, 铂, 铜、银的能力。Syngistix软件的触摸™操作可从pinaacle的大屏进行, 样品分析过程中使仪器操作更加简单。如果有现场测试要求, TMAASyngistix软件可以运行于pinaacle车载计算机—这个全功能的软件提供了灵活的方法, 允许离线分析后的数据处理和增强的报告功能, 其他功能。除了增强软件功能, 该pinaacle 500也被用于腐蚀环境中的样品进行了优化在高酸性样品的制备和分析, 例子包括耐酸性火焰盾和仪表板涂料的使用。由于具备高耐腐蚀性、灵活的乳尖操作和增强的分析能力, 使pinaacle 500 AA在贵金属矿山环境检测成为一个明智的选择。

参考资料:

1. "Sensitivity Versus Detection Limit", Technical note, PerkinElmer, Inc.

Table 4. Detection limits.

Element	Matrix	Detection Limit (µg/L)
Au	15% aqua regia	10.5
	1% HNO ₃	8.2
Pd	15% aqua regia	13.7
	1% HNO ₃	14.2
Pt	15% aqua regia	56.2
	1% HNO ₃	56.5
Cu	1% HNO ₃	2.1
Ag	1% HNO ₃	1.4

标准品及耗材:

Component	Part Number
Au Hollow Cathode Lamp	N3050107
Pd Hollow Cathode Lamp	N3050158
Pt Hollow Cathode Lamp	N3050162
Cu Hollow Cathode Lamp	N3050121
Ag Hollow Cathode Lamp	N3050102
Nebulizer Capillary Tubing	09908265
High-Sensitivity Nebulizer with Tantalum Capillary	N3160152
Au 1000 mg/L Standard	N9303759 (125 mL)
	N9300121 (500 mL)
Pd 1000 mg/L Standard	N9303789 (125 mL)
	N9300138 (500 mL)
Pt 1000 mg/L Standard	N9303791 (125 mL)
	N9300140 (500 mL)
Cu 1000 mg/L Standard	N9300183 (125 mL)
	N9300114 (500 mL)
Ag 1000 mg/L Standard	N9300171 (125 mL)
	N9300151 (500 mL)
Autosampler Tubes	B0193233 (15 mL)
	B0193234 (50 mL)

珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司
地址：上海 张江高科技园区 张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2014, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。