

铋精矿中铜、铅的光谱定量分析

一、 目的要求

1. 了解内标法光谱定量分析的原理和方法。
2. 学会测微光度计(黑度计)的使用方法。
3. 掌握发射光谱定量分析的基本操作技术。

二、 实验意义

铋精矿中的铋特别容易水解,样品溶解后在溶液中进行分析极易出现浑浊干扰测定,因此,在固体状态下用发射光谱法直接进行测定可消除铋水解带来的干扰。

三、 实验原理

内标法是通过测量分析线对(分析线—内标线)的相对强度与含量的关系来进行定量分析的。它的优点在于可消除光源不稳定因素的影响,以摄谱法进行光谱定量分析的基本关系式为

$$\Delta S = S_1 - S_2 = rb \lg C + r \lg a$$

式中 S_1 、 S_2 分别表示分析线及内标线的黑度值,在一定的条件下, $\Delta S \sim \lg C$ 呈线性关系。实际测量时,常用三个或三个以上的已知不同含量的标准样品(内标元素相同,本实验用基体铋作内标元素)摄谱,每个样品平等摄谱三次,取平均值,用各标准样品中分析线对的黑度差 ΔS 与该元素对应含量的对数 $\lg C$ 作标准曲线,然后将未知样品的 ΔS 值在标准曲线上查出对应的试样的含量。

四、 试验仪器与试剂

1. WPG-100 平面光栅摄谱仪及其附件
2. 光谱投影仪
3. 8W 型黑度计
4. 标准光谱图
5. 紫外 II 型感光板

6.A+B 显影液

7.定影液

8.温度计

9.定时钟

五、实验步骤

1. 电极的准备：上电极为圆锥形，下电极为 $\Phi 3mm \times 4mm \times 1.5mm$ 的凹形，用 5 A 交流电弧放电 10 s，
2. 试样准备：准确称取一定的试样和标准样品，用按压法装入下电极的孔隙中。
3. 摄谱仪的准备：闪耀波长 300 nm，狭缝宽度 10 μ ，中间光栅 3mm，工作电流 8A(铁光谱为 5A)，曝光时间为 60s(铁光谱为 10s)。
4. 摄谱：按上述实验条件进行摄谱。
5. 确定分析线对：Cu 327.4nm, Bi 294.4nm
Pb 283.3nm, Bi 294.4nm

在映谱上确定分析线对并做好标记。

6. 测量谱线黑度：在黑度计上分别测定分析线和内标线的黑度并求出其度差按实验原理通过做图法求出未知样品中铜、铅的浓度。

六、问题讨论

1. 为什么要用内标法进行光谱定量分析？内标元素及分析线对的选择原则是什么？
2. 什么叫三标准试样法？
3. 在发射光谱定量分析中要得到的重现性，应注意哪些操作？

七、注意事项

- 1、黑度计应保持水平。
- 2、铁光谱与试样光谱应该保持严格的平行。
- 3、黑度计的光电池容易产生疲劳，不能长时间光照。

执笔人：邓飞跃