

TAS-986 原子吸收仪法测定液态醋酸钴锰中钴、锰的含量

王炎冰 季春霞 唐丽华

(中国江苏仪化集团公司大康公司 邮编)

摘要： 将原子吸收法测定液态醋酸钴锰中钴、锰含量的结果与 X-射线荧光仪测定结果进行比较，结果表明，其精密度、准确度、分析误差和符合性均较好，可以用原子吸收法替代 X-射线荧光法。

前言

液态醋酸钴锰是生产精对苯二甲酸（PTA）用的催化剂，液态醋酸钴锰中钴、锰含量对生产企业来说是一个相当重要的指标，它关系到产品本身的质量、原辅料的消耗及生产成本，同时也是精对苯二甲酸生产中一项十分重要的中控分析项目，这将直接影响到 PTA 产品质量的好坏及 PTA 装置的正常安全运行。现国内外钴、锰含量测定方法多采用 X-射线荧光法，虽然此方法简便快速，但由于 X-射线荧光仪价格昂贵，主要部件易损，难配，维修费用高且周期长。本文研究了采用原子吸收法测定钴、锰含量，实验证明其精密度、准确度均能满足生产的需要，可以代替 X-射线荧光仪法。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

原子吸收分光光度计（北京普析通用公司，TAS-986），X-射线荧光仪（荷兰帕纳科，minipal II），压缩空气（99.9%以上），乙炔气体（99.9%以上），钴标准溶液（100 μ g/mL），锰标准溶液（100 μ g/mL）。

1.2 实验条件（表 1）

表 1 钴、锰测定的最佳条件

元素	灯电流 mA	狭缝 nm	波长 nm	原子 化器	助燃气	助燃气压 力 Mpa	燃气	燃气压 力 Mpa	燃烧器高 度 mm
钴	4.0	0.2	240.7	标准	压缩空气	0.2	乙炔	0.050	5.0
锰	2.0	0.2	297.5	标准	压缩空气	0.2	乙炔	0.050	6.0

1.3 标准溶液的配制

1.3.1 钴标准溶液的配制

分别吸取 0、2.0、4.0、6.0mL 质量浓度为 100 μ g/mL 钴标准溶液稀释至

100mL，该系列标液的质量浓度分别为 0、2、4、6 $\mu\text{g/mL}$ 。

1.3.2 锰标准溶液的配制

用前述的锰标准溶液，配制方法同“1.3.1”钴标准溶液的配制。

1.4 样品前处理

液态醋酸钴锰中钴、锰浓度一般控制在 $\text{Co}^{2+} \geq 2.10\%$ ， $\text{Mn}^{2+} \geq 2.20 \sim 2.60\%$ ，其中 $\text{Co}^{2+} : \text{Mn}^{2+} = 1 : 1.1$ 。样品需经过稀释一定倍数进行测定。

2 实验结果

2.1 精密度实验

配制的钴锰质量浓度分别为 $418 \mu\text{g/mL}$ 和 $395 \mu\text{g/mL}$ 的样品，进行 5 次实验，测定结果见表 2。

表 2 原子吸收法 5 次测定结果

元素	1	2	3	4	5	平均值	标准偏差%
Co	424	432	427	430	425	428	1.58
Mn	399	407	408	403	405	404	1.50

* 表中数值是原子吸收测定结果乘以稀释倍数而得。

精密度符合分析误差要求，并不大于 X-射线荧光法。

2.2 实际样品分析

分别用原子吸收法和 X-射线荧光法测定样品中钴和锰的含量，结果见表 3。

表 3 两种方法测定结果比较

序号	钴的测定			锰的测定		
	AAS 法	X-荧光法	相对偏差	AAS 法	X-荧光法	相对偏差
1	2.26	2022	0.9	2.48	2.39	2.4
2	2.19	2015	1.8	2.48	2.36	4.9
3	2.39	2033	1.3	2.50	2.47	1.2
4	2.33	2.30	1.3	2.48	2.37	2.5
5	2.30	2.26	1.8	2.39	2.32	3.0
6	2.22	2.28	-2.6	2.37	2.45	-3.3
7	2.31	2.35	-1.7	2.46	2.48	-0.8
8	2.43	2.37	2.5	2.53	2.56	-1.1
9	2.11	2.10	0.5	2.47	2.51	-1.6
10	2.35	2.37	-0.8	2.24	2.25	-0.4

* 表中数值是原子吸收测定结果乘以稀释倍数而得。

3 结论

本文论述的原子吸收法分析液态醋酸钴锰中的钴、锰含量，分析误差小，准

确度和精密度较为理想，从分析结果来看，TAS-986 原子吸收仪性能稳定，一起分析精密度好，灵敏度高，可以替代 X-射线荧光仪法。