# Bestimmung von Neben- und Spurenelementen in Kupferschlacken, Kupferstein und Kupfer mit der AAS-Methode

E. REITZNEROVÁ

Wissenschaftliche Forschungsstelle für Metallmateriale der Technischen Hochschule, CS-043 85 Košice

Eingegangen am 4. Januar 1985

Zur Publikation angenommen am 7. Mai 1986

Es wurde eine Methode für die Bestimmung von Al, As, Bi, Ca, Co, Mg, Ni, Pb, Sb und Zn in Kupferschlacken, Kupfersteinen und Kupfer ausgearbeitet. Die genannten Elemente wurden mittels der AAS-Methode mit Flammenatomisierung am Gerät Perkin—Elmer 306 A bestimmt. Für die genannte Problematik erwiesen sich folgende Lösungsmittel als günstig: für die Kupferschlacken HF, für Kupferstein Königswasser und für das metallische Kupfer HNO<sub>3</sub>. Während der Erarbeitung der Methode wurde der Einfluß der Matrix auf die Absorbanz der einzelnen Elemente untersucht. Für die Eliminierung dieses Einflusses wurden Modell-Bezugslösungen verwendet. Für jedes Element und jede Matrix wurden getrennte analytische Eichkurven konstruiert und deren Parameter statistisch ausgewertet. Es wurden die Nachweisgrenzen und die Werte der relativen Präzision der Konzentrationsbestimmung berechnet.

A method for determination of Al, As, Bi, Ca, Co, Mg, Ni, Pb, Sb, and Zn in copper slags, copper mattes, and metallic copper has been developed. The mentioned elements were determined by atomic absorption spectrometry with flame atomization on a Perkin—Elmer 306 A apparatus. The following solvents have been found to be most suitable: for the copper slags HF, for copper mattes aqua regia, and for metallic copper HNO<sub>3</sub>. During elaboration of the method, the matrix effect on the absorbance of the individual elements was investigated. For the elimination of that effect model comparable solutions were used. Analytical calibration curves were constructed for each element and each matrix and their parameters were statistically evaluated. The values of the detection limit as well as the values of the relative precision of the concentration determination were calculated.

Разработан метод определения Al, As, Bi, Ca, Co, Mg, Ni, Pb, Sb, и Zn в медном шлаке, штейне и чистой меди. Приведенные элементы определялись методом AAC с пламенным атомизированием на аппарате Perkin—Elmer 306 A. Было обнаружено, что для растворения проб с хорошими результатами можно использовать плавиковую кислоту, для растворения штейна была использована царская водка, а для растворения чистой меди азотная кислота. В процессе разработки метода исследовалось влияние матрицы на поглощательную способность отдельных элементов, для устранения этого влияния был использован способ приготовления модельных растворов — растворов сравнения. Для каждого элемента и матрицы были построены градуировочные графики и их параметры были оценены статистически. Были рассчитаны величины границ обнаружения и границы относительной точности определения концентрации (воспроизводимости).

Durch die Verarbeitung von Komplexerzen im Kupferhüttenwesen wird in den technologischen Prozeß eine breite Palette von Elementen eingeschleppt. Untersuchungen über die Verteilung der metallischen Elemente Al, As, Bi, Ca, Co, Mg, Ni, Pb, Sb und Zn in die Schlacke, Steine und Rohkupfer während der Kupfergewinnung gaben Ansporn für die Ausarbeitung einer schnellen analytischen Methode für die Bestimmung der genannten Elemente in den gegebenen Matrixen. Das vorausgesetzte Konzentrationsintervall der zu bestimmenden Elemente in der Schlacke, im Kupferstein und Kupfer  $\langle w_{as,min}/w_{as,max} \rangle$  ist aus Tabelle 1 ersichtlich.

Element	Schlacke	Matrix	Kupfer	
	w/%	w/%	w/%	
Al	0,500-2,500	0,0010,005	_	
As	0,100-0,300	0,010 -2,000	0,010-1,000	
Bi	0,020-0,100	0,020 -0,100	0,020-1,000	
Ca	1,000-7,500	0,0001-0,001	_	
Co	0,005-0,020	0,005 -0,020	0,005-0,020	
Mg	0,500-2,000	0.0001-0.001	_	
Ni	0,020-1,000	0,100 -1,000	0,100—1,000	
Pb	0,100-0,600	0,005 -0,7000	0,005-0,500	
Sb	0,050,300	0,010 -1,000	0,010-1,000	
Zn	0,10 -2,500	0,001 -0,200	0,001-0,200	

Tabelle 1

Vorausgesetztes Intervall des Masseverhältnisses (was,min/was,max) der bestimmten Elemente in drei untersuchten Matrixen

Hinsichtlich der Anforderung an die Schnelligkeit der Methode und in Bezug auf die Anzahl der zu bestimmenden Elemente kommt die Methode der Emissions-Atomspektroskopie und der Atom-Absorptionsspektroskopie [1] in Frage. Nach einem Vergleich der Leistungsfähigkeit beider Methoden wurde die AAS-Methode gewählt, weil die Informationseffektivität dieser Methode für die anstehende analytische Aufgabe günstiger ist [2].

Die AAS-Methode mit Flammenatomisierung setzt einen vollkommenen Aufschluß der analytischen Proben voraus. In der vorliegenden Arbeit werden drei verschiedene Matrixe analysiert, weshalb auch die Aufschlußart verschieden war. Auf Grund des hohen SiO<sub>2</sub>-Gehaltes ( $w \approx 30$  %) in den Schlacken kamen für ihre Zersetzung Methoden für die Zersetzung von Silikaten zum Einsatz. Guest und Macpherson [3] wandten die Methode der Druckzersetzung mit Hilfe eines Gemisches aus Königswasser und Fluorwasserstoffsäure in einem Teflongefäß an. Nach beendetem Aufschluß wurde in die Lösung die Borsäure beigegeben um die F<sup>-</sup>-Ione zu binden. Eine zweite, von den genannten Autoren beschriebene Art der Silikatzersetzung beruht im Schmelzen des Silikatmaterials mit Natriumperoxid in Zirkoniumtiegeln. Die Schmelze wurde entweder in HCl oder in einem Gemisch von HCl, HF und H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> gelöst. Auch andere Autoren lösten Silikate in der Druckbombe mit HF [4-7]. Wenn in der Probe nicht zugleich auch SiO<sub>2</sub> bestimmt wird, kann die Zersetzung in abgedeckten Platin- oder Teflongefässen unter anschließendem Abrauchen von SiF4 mit HNO3, HCl, HClO4 oder H2SO4 erfolgen [8-11]. Viele Autoren empfehlen für die Analyse von Silikaten Auslaugungen nach dem Schmelzen. Suhr und Ingamells [12] schmolzten das Material mit Lithiumborat und lösten darauffolgend die Schmelze in HNO3. Auf die gleiche Weise gingen bei der Zersetzung von Kupferschlacken Bailey und Wood vor [13], wobei sie die obige Zersetzung mit der Zersetzung der Schlacken mit HF im verschlossenen Gefäß bei 110 °C verglichen. Die Kupfersteine stellen im Grunde ein Gemisch von Sulfiden von Cu, Fe und weiteren Begleitmetallen dar. Für die Auflösung von polymetallischen Sulfiden ist Königswasser das günstige Lösungsmittel. Die Wirkung des Königswassers kann durch Beigabe von Brom, Kaliumchlorat bzw. Kaliumjodid unterstützt werden [14]. Rubeška und Mikšovský [15] benützten für die Zersetzung von Sulfiden entweder ein Gemisch von HCl und HNO<sub>3</sub>, oder nur HNO<sub>3</sub> und nach Abschluß der Zersetzung fügten sie in die Lösung eine 20 %ige Weinsäurelösung bei. Die Auflösung in Schwefelsäure wird für die AAS-Methode wegen des störenden Einflusses der SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>-Ionen nicht empfohlen [16]. Für die Zersetzung von Rohkupfer wird in der Regel HNO<sub>3</sub>, evtl. HNO<sub>3</sub> in Kombination mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder HCl verwendet. Falls das Kupfer Sn, Sb und As in größeren Mengen enthält, verwendet man als Lösungsmittel HBr + Br<sub>2</sub> [17].

# **Experimenteller** Teil

Sämtliche oben genannten analytischen Elemente wurden mit der Flammenmethode AAS auf dem Gerät Perkin—Elmer 306 A bestimmt. Die experimentellen Bedingungen sind in Tabelle 2 aufgeführt. Die Art und Charakteristik der Flamme wurde nach den Hinweisen in der Herstellerliteratur gewählt [18].

Element	Wellenlänge nm	Geometrische Spaltbreite mm	Spektrale Spaltbreite nm	Flammenart	Entladungslampe	Brenner cm	Bemerkung
Al	309,3	1,0	0,7	$N_2O + C_2H_2$ reduzierend	Hohlkathode	5	_
As	193,7	1,0	0,7	Luft + $C_2H_2$ oxidierend	EDL	10	D <sub>2</sub> -Untergrund- korrektor
Bi	223,1	0,3	0,2	Luft + $C_2H_2$ oxidierend	EDL	10	-
Ca	422,7	1,0	1,4	$N_2O + C_2H_2$ reduzierend	Hohlkathode	5	-
Co	240,7	0,3	0,2	Luft + $C_2H_2$ oxidierend	Hohlkathode	10	-
Mg	285,2	1,0	0,7	$N_2O + C_2H_2$ oxidierend	Hohlkathode	5	-
Ni	232,0	0,3	0,2	Luft + $C_2H_2$ oxidierend	Hohlkathode	10	-
Рb	283,3	1,0	0,7	Luft + $C_2H_2$ oxidierend	Hohlkathode	10	-
Sb	217,6	0,3	0,2	Luft + $C_2H_2$ oxidierend	EDL	10	_
Zn	213,9	1,0	0,7	Luft + $C_2H_2$ oxidierend	Hohlkathode	10	_

Angewandte Arbeitsbedingungen

Tabelle 2

EDL — Hochfrequenz-Entladungslampe.

Chem. Papers 40 (5) 605-618 (1986)

Matrix	Massekonzentration der Hauptelemente in der Lösung ε/(μg cm <sup>-3</sup> )
Schlackenmodell 50 % Fe, 30 % SiO₂	2500 Fe, 1500 SiO <sub>2</sub>
Kupfersteinmodell 40 % Cu, 20 % Fe	2000 Cu, 1000 Fe
Kupfermodell 100 % Cu	5000 Cu

### Massekonzentration der Hauptelemente in den Grundlösungen

# Aufschluß der Proben

Schlacke: 0,5 g der feingemahlenen Probe wurden in 5 cm<sup>3</sup> HF und 0,5 cm<sup>3</sup> HClO<sub>4</sub> aufgelöst. Die Lösung wurde fast bis zur Trockenheit verdampft und der Rückstand mit 5 cm<sup>3</sup> HCl angefeuchtet. Die entstandene klare Lösung wurde im Meßkolben mit destilliertem Wasser auf 100 cm<sup>3</sup> aufgefüllt.



Abb. 1. Einfluß der Matrixe auf die Absorbanz der Elemente Al, As, Bi, Ca, Co. Modellösung : a) Schlacke ; b) Kupferstein ; c) Kupfer.

Kupferstein: 0,5 g der feingemahlenen Kupfersteinprobe wurden in 10 cm<sup>3</sup> Königswasser aufgelöst und die Lösung mit destilliertem Wasser auf 100 cm<sup>3</sup> aufgefüllt.

Kupfer: 0.5 g Kupferspäne wurden in 5 cm<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub> aufgelöst und die entstandene Lösung mit destilliertem Wasser auf 100 cm<sup>3</sup> aufgefüllt.

Es wurden Grundlösungen der Hauptelemente in Konzentrationen vorbereitet, die der Zusammensetzung der Matrixe entsprechen (Tabelle 3). Diese Lösungen wurden für die Bestimmung der Nachweisgrenzen und für die Vorbereitung von Lösungen für die Aufstellung der analytischen Eichgeraden verwendet.

Der Einfluß der Matrixe auf die Absorbanz der Elemente ist auf den Säulendiagrammen auf den Abbildungen 1 und 2 veranschaulicht. Aufgrund dessen, daß der Gehalt einiger Elemente in den reellen Schlacken die Konzentration des linearen Teils der Eichkurve überschritt, mußte eine 10 und 50fache Verdünnung der Proben vorgenommen werden. Aus diesem Grunde wurde auch der Einfluß der Verdünnung der Grundmatrix auf die Absorbanzen der gemessenen Elemente verfolgt (Abb. 3 bis 8).

Für die Aufstellung der analytischen Eichgeraden wurden Lösungen vorbereitet, die in den Grundlösungen (Tabelle 3) die einzelnen analytischen Elemente in den Konzentrationsintervallen  $\langle \varrho_{x,min}/\varrho_{x,max} \rangle$  enthielten, wie in Tabelle 4 aufgeführt wird. Die Parameter der analytischen Eichgeraden wurden mit der Methode der kleinsten Quadrate berechnet [19].

In den Tabellen 5 bis 7 sind die Werte  $A_x$  und deren Standardabweichungen  $s(A_x)$ , die Werte der Richtungstangenten der Eichgeraden  $B_x$  und ihre Standardabweichungen  $s(B_x)$ , die Werte der residuellen Streuung  $s_{rez}$  und die Werte des Koeffizienten der Determination der Korrelation R aufgeführt.



Abb. 2. Einfluß der Matrixe auf die Absorbanz der Elemente Mg, Ni, Pb, Sb, Zn. Modellösung: a) Schlacke; b) Kupferstein; c) Kupfer.



Abb. 3. Einfluß der Verdünnung auf die Absorbanz der Elemente Al, As, Bi, Ca, Co in der Schlacke. Modellösung: a) konzentrierte Lösung; b) 10malige Verdünnung; c) 50malige Verdünnung.



Abb. 4. Einfluß der Verdünnung auf die Absorbanz der Elemente Mg, Ni, Pb, Sb, Zn in der Schlacke. Modellösung: a) konzentrierte Lösung; b) 10malige Verdünnung; c) 50 malige Verdünnung.



Abb. 5. Einfluß der Verdünnung auf die Absorbanz der Elemente Al, As, Bi, Ca, Co im Kupferstein. Modellösung : a) konzentrierte Lösung ; b) 10malige Verdünnung ; c) 50malige Verdünnung.



Abb. 6. Einfluß der Verdünnung auf die Absorbanz der Elemente Mg, Ni, Pb, Sb, Zn im Kupferstein. Modellösung: a) konzentrierte Lösung; b) 10malige Verdünnung; c) 50malige Verdünnung.



Abb. 7. Einfluß der Verdünnung auf die Absorbanz der Elemente Al, As, Bi, Ca, Co im Kupfer. Modellösung: a) konzentrierte Lösung; b) 10malige Verdünnung; c) 50malige Verdünnung.



Abb. 8. Einfluß der Verdünnung auf die Absorbanz der Elemente Mg, Ni, Pb, Sb, Zn im Kupfer. Modellösung: a) konzentrierte Lösung; b) 10malige Verdünnung; c) 50malige Verdünnung.

Element	$\rho_{\rm x,min}/(\mu g \ {\rm cm}^{-3})$	$\varrho_{\rm x,max}/(\mu g\ {\rm cm}^{-3})$
Al	2,00	50,00
As	10,00	100,00
Bi	2,00	20,00
Ca	0,50	4,00
Co	0,50	5,00
Mg	0,05	0,50
Ni	0,50	5,00
Pb	2,00	20,00
Sb	2,00	20,00
Zn	0.05	0,50

Konzentrationsintervall der analytischen Elemente in den Lösungen für die Aufstellung der Eichgeraden  $\langle \varrho_{x,min} / \varrho_{x,max} \rangle$  in  $\mu g \text{ cm}^{-3}$ 

#### Tabelle 5

#### Parameter der analytischen Eichgeraden für Schlacke

Element	$A_{\rm x} \pm s(A_{\rm x})$	$B_{\rm x} \pm s(B_{\rm x})$	$s_{\rm res} \cdot 10^4$	<b>R</b> /%
Al	$0,002 \pm 0,001$	0,003	49	99,2
As	$0,017 \pm 0,002$	0,002	56	99,1
Bi	$-0,002 \pm 0,001$	0,012	30	99,9
Ca	$0,002 \pm 0,002$	$0,047 \pm 0,001$	32	99,7
Co	$0,003 \pm 0,001$	0,038	37	99,7
Mg	$0,002 \pm 0,001$	$0,098 \pm 0,002$	18	99,0
Ni	$0,000 \pm 0,002$	$0,037 \pm 0,001$	80	98,6
Pb	$0,004 \pm 0,001$	0,010	30	99,8
Sb	$0,008 \pm 0,001$	0,008	30	99,7
Zn	$0,001 \pm 0,001$	$0,325 \pm 0,002$	17	99,9

Die Werte der Nachweisgrenzen  $\rho_L$  (Tabelle 8) sind als die niedrigsten von den Werten  $A_L$  abgeleiteten Konzentrationen ausgedrückt, wobei

$$A(\mathbf{X}_{L}) = \bar{A}(\mathbf{X}_{bl}) + 3 s(A_{\mathbf{X},bl})$$
(1)

wo  $\tilde{A}(X_{bl})$  den Durchschnittswert der Absorbanzen der Grundlösung (Tabelle 3) darstellt.  $s(A_{X,bl})$  ist die Standardabweichung der Absorbanzmessungen der Grundlösung [20]. Als Eingabedaten für die Berechnung von  $\varrho_L$  wurden die Absorbanzwerte der Matrix-Grundlösungen verwendet, wobei jede Messung 30 mal wiederholt wurde.

Element	$A_{\rm x} \pm s(A_{\rm x})$	$B_{\rm x} \pm s(B_{\rm x})$	$s_{\rm res} \cdot 10^4$	<b>R</b> /%
Al.	$-0,001 \pm 0,001$	0,003	29	99,8
As	$-0,003 \pm 0,004$	0,004	82	99,6
Bi	$0,001 \pm 0,001$	0,011	28	99,9
Ca	$0,006 \pm 0,001$	0,054	26	99,9
Co	- 0,003	0,035	11	100,0
Mg	$0,016 \pm 0,001$	$0,290 \pm 0,004$	29	99,7
Ni	- 0,001	0,032	14	100,0
РЬ	$0,003 \pm 0,001$	0,010	19	99,9
Sb	$-0,003 \pm 0,001$	0,007	17	99,9
Zn	$-0.003 \pm 0.001$	$0,259 \pm 0,004$	32	99,6

#### Parameter der analytischen Eichgeraden für Kupferstein

### Tabelle 7

Parameter der	r analytischen	Eichgeraden	für metallisch	es Kupfer

Element	$A_{\rm x} \pm s(A_{\rm x})$	$B_{\rm x} \pm s(B_{\rm x})$	$s_{\rm res} \cdot 10^4$	<b>R</b> /%
Al	$-0,002 \pm 0,001$	0,004	26	99,9
As	$-0,004 \pm 0,003$	0,003	75	99,6
Bi	$-0,002 \pm 0,002$	0,010	42	99,7
Ca	$0,000 \pm 0,002$	0,060	44	99,7
Co	$0,000 \pm 0,002$	$0,034 \pm 0,001$	47	99,5
Mg	$0,010 \pm 0,002$	$0,251 \pm 0,006$	43	99,1
Ni	$-0,001 \pm 0,001$	0,034	18	99,9
Pb	$0,005 \pm 0,001$	0,009	19	99,9
Sb	$0,000 \pm 0,001$	0,007	21	99,8
Zn	$0,004 \pm 0,001$	$0,247 \pm 0,002$	16	99,9

Die Angaben der relativen Präzision der Konzentrationsbestimmung  $s(\rho_{x,r})$  sind in Tabelle 9 aufgeführt. Berechnet wurden sie mit 95 %iger statistischer Sicherheit u. zw. aus 10 Werten der resultierenden Konzentrationen des Elements.

### Diskussion

Die Säulendiagramme auf den Abbildungen 1 und 2 illustrieren den Einfluß der Matrixe auf die Werte der Absorbanzen der einzelnen Elemente. Aus den Diagrammen ist ersichtlich, daß der Matrixeffekt mit Ausnahme von Blei bei allen

Element	Schlacke		Kupferstein		Kupfer	
	{ <b>Q</b> L}	$\{\varrho_{as,min}\}$	{ <b>Q</b> L}	{Q <sub>as,min</sub> }	{ <b>Q</b> L}	{Qas,min}
Al	1,00	25,00	0,67	0,05	0,50	
As	3,00	5,00	2,00	0,50	2,00	0,50
Bi	0,19	1,00	0,18	1,00	0,20	1,00
Ca	0,10	50,00	0,02	0,005	0,03	
Co	0,08	0,25	0,09	0,25	0,06	0,25
Mg	0,08	25,00	0,003	0,005	0,008	
Ni	0,10	1,00	0,06	5,00	0,06	5,00
Pb	0,35	5,00	0,16	0,25	0,14	0,25
Sb	0,71	2,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Zn	0,01	5,00	0,04	0.05	0,01	0,05

Werte der Nachweisgrenzen  $\varrho_L/(\mu g \text{ cm}^{-3})$  und die vorausgesetzten niedrigsten Konzentrationen der Elemente  $\varrho_{\text{ss,min}}$  in den Matrixen bei einer Einwaage von 0,5 g Probe auf 100 cm<sup>3</sup> Lösung

#### Tabelle 9

Element	Massekonzentration	s(q <sub>x,r</sub> )/%		
	<i>ϱ/</i> (μg cm <sup>-3</sup> )	Schlacke	Kupferstein	Kupfer
Al	20,00	3,68	1,67	• 0,94
As	50,00	7,46	4,15	10,78
Bi	10,00	1,33	1,17	1,77
Ca	1,00	3,36	1,04	2,31
Co	2,00	3,24	1,04	1,64
Mg	0,50	4,03	1,02	1,00
Ni	2,00	1,73	1,31	1,05
Pb	10,00	2,13	1,73	1,12
Sb	10,00	2,78	3,25	2,28
Zn	0,20	1,59	2,34	3,28

# Relative Präzision der Konzentrationsbestimmung

Elementen zur Geltung kommt und bei As und Mg sogar außerordentlich prägnant. Daraus geht hervor, daß für die Eliminierung der störenden Matrixeinflüsse notwendigerweise Modell-Bezugslösungen zu verwenden sind. Außer dem Matrixeffekt wurde auch der Einfluß der Verdünnung auf die Absorbanzwerte der gemessenen Elemente verfolgt. Diesen Einfluß veranschaulichen die Diagramme auf den Abbildungen 3 bis 8 gesondert für jede Matrix. Aus den genannten Diagrammen ist ersichtlich, daß die Verdünnung keinen ausgeprägten Einfluß auf die Werte der Absorbanzen ausübt. Die verdünnten Modell-Bezugslösungen wären nur bei As, Ca und Mg notwendig, bei den anderen Elementen können auch bei verdünnten Proben konzentrierte Bezugslösungen verwendet werden.

Die Parameter der analytischen Eichgeraden der Elemente Al, As, Bi, Ca, Co, Mg, Ni, Pb, Sb, Zn für die Schlacken-, Kupferstein- und Kupfermatrixe sind in den Tabellen 5 bis 7 aufgeführt. Die Werte Ax sollten in jedem Fall gleich Null sein. Aufgrund der Werte in den Tabellen und der statistischen Auswertung ist festzustellen, daß im Rahmen der Meßgenauigkeit des AAS-Gerätes die Werte Ax gleich Null sind und die Eichgeraden somit aus Origo kommen. Eine Ausnahme bildet lediglich die Eichgerade As in der Schlacke und Mg im Kupferstein. Die Richtungstangenten der analytischen Eichgeraden Bx der gemessenen Elemente liegen bei Werten der Größenordnungen von 10<sup>-3</sup> bis 10<sup>-1</sup>. Für die einzelnen Elemente in verschiedenen Matrixen liegen die Werte Bx in der gleichen Größenordnung, woraus hervorgeht, daß die Matrix einen relativ geringfügigen Einfluß auf die Empfindlichkeit hat. Die Werte der Nachweisgrenzen  $\rho_L$  in Tabelle 8 sind niedriger als die niedrigste vorausgesehene Konzentration  $\rho_{as,min}$  (in  $\mu g \text{ cm}^{-3}$ ) in den Matrixen bei der Einwaage von 0,5 g Probe, nach dem Auflösen aufgefüllt auf 100 cm<sup>3</sup>. Eine Ausnahme bildet nur As im Kupferstein und Kupfer, und Ca im Kupferstein. In den genannten Fällen ist es nötig die Einwaage der Probe zu erhöhen bzw. für die Analyse von As die flammenlose Hydrid-Bestimmungsmethode anzuwenden. Die Werte der relativen Präzision der Konzentrationsbestimmung  $s(\rho_{x,r})$  sind in Tabelle 9 in Prozenten ausgedrückt. Es ist festzustellen, daß die ungünstigste relative Präzision bei As verzeichnet wird, was neben anderen Einflüssen vor allem auf dessen zu geringen Empfindlichkeitswert Bx zurückzuführen ist. Die Werte der relativen Präzision der Konzentrationsbestimmung liegen bei den anderen Elementen stets unter  $\pm 5$  %.

# Schlußfolgerung

Abschließend kann festgestellt werden, daß sich die ausgearbeitete analytische Methode der Bestimmung von Al, As, Bi, Ca, Co, Mg, Ni, Pb, Sb, Zn bei Serienanalysen von Kupferschlacken, Kupfersteinen und Kupfer bewährt hat. In Verbindung mit der Bestimmung von SiO<sub>2</sub>, Fe und Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit der AAS-Methode in Schlacken [19], mit der elektrogravimetrischen Bestimmung von Cu im metallischen Kupfer und mit der Bestimmung von Mo in der Schlacke, Kupferstein und Kupfer mit der AAS-Methode [21] ist die Methode für die komplexe Analyse von drei bei der pyrometallurgischen Kupfergewinnung entstehenden Komponenten (Schlacke, Kupferstein und Kupfer) anwendbar.

# Literatur

- 1. Reitznerová, E. und Matherny, M., Abstracts XX Coll. Spectroscop. Internat., No. 509, Prag 1977.
- 2. Reitznerová, E., Dissertation, Technische Hochschule, Košice 1981.
- 3. Guest, R. J. und MacPherson, D. R., Anal. Chim. Acta 71, 233 (1974).
- 4. May, I. und Rove, J. J., Anal. Chim. Acta 33, 689 (1965).
- 5. Lounaman, K. Z., Anal. Chem. 146, 422 (1955).
- 6. Riley, J. P. und Williams, H. P., Microchim. Acta 1959, 516.
- 7. Bernas, P., Anal. Chem. 40, 1682 (1968).
- 8. Mikšovský, M. und Moldan, B., Chem. Zvesti 24, 128 (1970).
- 9. Langmyhr, F. J., und Paus, P. E., Anal. Chim. Acta 43, 397 (1968).
- 10. French, W. J. und Adams, S. J., Anal. Chim. Acta 42, 183 (1968).
- 11. Ščerbakov, V. I., Karjakin, A. V., Bannych, L. N. und Lebedev, V. I., Zavod. Lab. 43, 957 (1977).
- 12. Suhr, N. H. und Ingamells, C. O., Anal. Chem. 38, 730 (1966).
- 13. Bailey, N. T. und Wood, S. J., Anal. Chim. Acta 69, 105 (1974).
- 14. Doležal, J., Povondra P. und Šulcek, Z., Rozklady základních anorganických surovin. (Die Zersetzungen von grundlegenden anorganischen Rohstoffen.) Státní nakladatelství technické literatury. (Staatlicher Verlag für Technische Literatur.) Prag 1966.
- 15. Rubeška, I. und Mikšovský, M., Collect. Czechoslov. Chem. Commun. 39, 1485 (1974).
- 16. Rubeška, I., Anal. Chim. Acta 40, 187 (1968).
- 17. Felix, V., Chemické rozbory neželezných kovů a slitin. (Chemische Analysen der Nichteisenmetalle und Legierungen.) Průmyslové nakladatelství, Prag 1952.
- 18. Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry. Perkin-Elmer, Norwalk 1973.
- 19. Matherny, M. und Reitznerová, E., Chem. Zvesti 34, 364 (1980).
- IUPAC, Commission on Spectrochemical and other Optical Procedures for Analysis. Pure Appl. Chem. 45, 99 (1976).
- 21. Matherny, M. und Reitznerová, E., Chem. Zvesti 36, 661 (1982).

Übersetzt von H. Seidel