

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES) 测定贵金属车间外排水中的铜、硒、碲

马丽君

(北方铜业股份有限公司 计量检验部,山西 垣曲 043700)

摘要 建立了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定贵金属外排水中铜、硒、碲3种元素含量的分析方法。选择仪器的最佳工作条件为射频功率1150 W,雾化器流速0.5 L/min,观测高度12 mm。确定了各元素测定谱线铜327.396 nm、硒196.090 nm、碲214.281 nm作为各元素的分析线,方法的回收率在98%~103%,测定结果相对标准偏差($n=7$)在0.97%~3.1%,检出限铜为0.001 $\mu\text{g/mL}$ 、硒为0.010 $\mu\text{g/mL}$ 、碲为0.007 $\mu\text{g/mL}$,方法快速、简捷,有良好的精密度和准确度,能够满足日常生产检测需要。

关键词 电感耦合等离子体原子发射光谱法;贵金属外排水;铜;硒;碲

中图分类号:O657.31;TH744.11 **文献标识码**:A **文章编号**:2095-1035(2013)S0-0010-02

0 前言

目前,国家对于多金属的综合回收利用非常重视,一般贵金属车间外排水的含金属量也就受到企业的关注。贵金属外排水是冶炼厂贵金属车间生产排放的工业水,主要含铜、硒、碲、金、银、铅等元素,一方面金属元素含量高了,外排会对环境造成污染,另一方面对评价提炼质量和改进工艺具有重要指导意义,因此有必要建立一种简单快速的分析方法。对于上述几种元素含量的分析,通常采用传统的化学分析方法,如测铜采用碘量法^[1],测硒采用萃取分离分光光度法^[2]、原子荧光光谱法^[3-5],测碲采用萃取分离分光光度法等^[6]。化学分析方法虽准确可靠,但使用试剂较多、操作繁琐费时、不能同时测定多元素。

采用ICP-AES法同时测定贵金属外排水中铜、硒、碲目前还未见有文献报道,ICP-AES法具有检出限低、基体效应小、线性范围宽等优点,应用越来越广泛,成为成分分析中发展最快的测试手段之一^[7-8]。外排水中含有一定量的硫酸,硫酸黏性较大,会影响待测元素的激发,实验中采用王水处理样品,ICP-AES法测定贵金属外排水中铜、硒、碲的含

量,方法简便、快速、易于掌握,适用于快速测定外排水中有价元素铜、硒、碲的含量。

1 实验部分

1.1 主要仪器

6300型电感耦合等离子体光谱仪(美国赛默飞世尔公司),TTL-10A超纯水处理系统,AB-S电子天平(梅特勒-托利多公司)。

ICP-AES的工作参数:观测模式为垂直,高度12 mm;射频功率为1150 W;峰处理方法为峰面积积分;等离子气流量为12 L/min;辅助气流量为0.5 L/min;蠕动泵泵速为50 r/min。

1.2 试剂

高纯氩气($\geq 99.999\%$),盐酸(GR),硝酸(GR)。

铜、硒、碲标准储备溶液(1.000 0 mg/mL,于国家钢铁材料测试中心购买);使用时根据需要进行逐级稀释。

实验时所用的其它试剂均为优级纯,实验用水为二次去离子水。

1.3 样品处理

准确移取贵金属外排水5~50 mL于300 mL烧杯中,加入15 mL浓盐酸,5 mL浓硝酸,低温溶

解,蒸至湿盐状,取下稍冷,加入 5 mL 浓硝酸,用少量水冲洗杯壁,微沸近 1 min 后取下,待试液冷至室温,用水定容到 100 mL 容量瓶中,摇匀,干过滤,起初 10 mL 溶液弃去,滤液待测,随同试样做空白实验,按条件实验选定的工作条件进行测量。

2 结果与讨论

2.1 前处理条件的选择

采用外排水直接抽取定容后测定与加酸蒸至湿盐状酸化后定容进行测定进行对比,实验表明,外排水中含有的硫酸黏性较大,影响待测元素的激发,使测定结果不稳,实验选择将样品蒸至湿盐状,加入 5 mL 浓硝酸,少量水冲洗杯壁,微沸近 1 min 后取下冷却,用水定容到 100 mL 容量瓶中,摇匀待测。

2.2 分析谱线的选择

根据外排水中含有的元素情况,实验考察了金、银、铅、铋等元素对待测元素的干扰情况,未发现存在光谱干扰现象,根据仪器推荐的分析谱线和样品中被测元素含量,对被测元素的纯标准溶液、共存元素的混合标准溶液进行测定,比较信倍比和强度,确定了合适的谱线,铜为 327.396 nm,硒为 196.090 nm,碲为 214.281 nm。

2.3 工作曲线的配制

标准工作溶液采用各单元素标准储备溶液按样品中各元素的含量范围进行配制,并在选定的最佳仪器参数下测量,标准工作溶液各元素浓度见表 1。

表 1 硒、碲、铜标准溶液浓度

系列号	$w_B/(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$		
	硒	碲	铜
1	0.0	0.0	0
2	10.0	10.0	2.0
3	30.0	30.0	10.0
4	50.0	50.0	50.0

实验结果表明,各元素的工作曲线线性良好,相关系数为 0.999 8~0.999 9。

2.4 检出限实验

不加试样的空白溶液在同一条件下进行测定 11 次,以各待测元素铜、硒、碲测定结果的 3 倍标准偏差求得方法对各元素的检出限:铜 0.001 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、硒 0.010 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、碲 0.007 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.5 精密度和加标回收实验

实验在选定的最佳仪器工作条件下,对实验样品进行了加标回收和精密度($n=7$)实验,实验结果

见表 2。

表 2 方法的回收率和精密度结果($n=7$)
/($\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$)

样品	元素	测得 平均值	RSD/ %	加标量	测得量	回收 率/%
外排水 1	铜	0.581	1.10	0.5	0.491	98.2
	硒	0.116	3.04	0.1	0.204	102.0
	碲	0.206	2.67	0.2	0.196	98.0
外排水 2	铜	3.090	0.97	3.0	2.969	99.0
	硒	0.175	2.86	0.2	0.179	102.3
	碲	0.711	1.59	0.5	0.723	101.7

从表 2 可见,测定结果的相对标准偏差在 0.9%~3.1%,加标回收率在 98%~103%。

3 结语

实验通过条件选择,谱线优化等方法,采用精密度和加标回收率考察方法的重现性和准确性,各元素测定结果精密度相对标准偏差($n=7$)在 0.97%~3.1%,回收率在 98%~103%,实验结果表明,采用电感耦合等离子体光谱法能准确、快速的同时测定外排水中铜、硒、碲,操作简单,流程短,提高了工作效率,满足生产需要。

参考文献

- [1] 佺云. 碘量法与电重法测定氧化铜矿中酸溶铜的方法比较[J]. 中国无机分析化学, 2013, 3(2): 43-45.
- [2] 符斌, 李华昌. 有色冶金分析手册[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2004: 342.
- [3] 周姣花, 汪建宇, 钟莅湘, 等. 氢化物发生-原子荧光光谱法测定生物样品中的硒[J]. 岩矿测试, 2011, 30(2): 214-216.
- [4] 董亚妮, 田萍, 熊英, 等. 焙烧分离-氢化物发生-原子荧光光谱法测定铜铅锌矿石中的硒[J]. 岩矿测试, 2011, 30(2): 164-168.
- [5] 陈殿耿, 袁玉霞, 王皓莹. 氢化物发生-原子荧光光谱法(HG-AFS)测定特硬铅合金中硒和碲[J]. 中国无机分析化学, 2012, 2(2): 38-40.
- [6] 沈广鑫. 重铬酸钾滴定法测定中和渣中的碲[J]. 江西冶金, 2008, 28(5): 32-34.
- [7] 阮桂色. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)技术的应用进展[J]. 中国无机分析化学, 2011, 1(4): 15-18.
- [8] 张光华. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定纯银中镉、铋、铁、铅、锑、钡、硒、碲[J]. 中国无机分析化学, 2013, 3(2): 63-65.