

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES) 法测定铜阳极泥中的金含量

龙海珍 孔会民 岳萍 王景凤 黄红

(西部矿业科技发展有限公司, 西宁 810000)

摘要 实验采用某铜冶炼生产企业的铜阳极泥样品, 对其中的金含量进行测定。用王水溶解样品, 王水(3%)定容至100 mL容量瓶中, 用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定。实验表明, 选择Au 242.795 nm为分析谱线, 方法检出限为($n=11$) $0.09 \mu\text{g}/\text{mL}$, 测定下限为 $0.27 \mu\text{g}/\text{mL}$, 加标回收率在97%~107%, 线性相关系数为0.999 928, 分析结果满足要求。

关键词 电感耦合等离子体原子发射光谱法; 铜阳极泥; 金

中图分类号: O657.31; TH744.11 文献标志码: A 文章编号: 2095-1035(2019)05-0049-03

Determination of Gold Content in Copper Anode Mud by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

LONG Haizhen, KONG Huimin, YUE Ping, WANG Jingfeng, HUANG Hong

(Technology Development of Western Mining Group Co. Ltd., Xining Qinghai 810000, China)

Abstract The sample of copper anode mud from a copper smelter was used to test the gold content. Dissolve the sample with aqua regia, set the capacity to 100 mL capacity bottle with 3% (V/V) aqua regia acidity, determined by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Results show that 242.795 nm was selected as the analytical spectral line, the detection limit of the method was ($n=11$) $0.09 \mu\text{g}/\text{mL}$, the lower limit was determined to be $0.27 \mu\text{g}/\text{mL}$, and the standard recovery rate was between 97%~107%. The linear correlation coefficient is 0.999 928. Analysis results meet requirements.

Keywords ICP-AES; copper anode mud; gold

前言

铜阳极泥是由电解粗铜过程中不溶于电解液的各种物质沉淀生成的, 其一般含有多种有价元素。金作为铜阳极泥中重要的有价元素, 其含量的多少直接关系着铜阳极泥的价格。金的分析方法有分光

光度法^[1]、X射线荧光光谱法^[2]、原子吸收光谱法^[3-4]、火试金法^[5-6]等。近几年随着仪器的更新换代, 电感耦合等离子体发射光谱法以其优异的性能, 测试范围广等优点, 在分析测试中屡见报道^[7]。铜阳极泥中金的分析方法有有色行业标准“YS/T 745.2—2010”, 方法成熟, 分析结果准确, 但是火试

收稿日期: 2019-06-17 修回日期: 2019-07-09

作者简介: 龙海珍, 男, 工程师, 主要从事化学分析和管理工作。E-mail: 365803640@qq.com

本文引用格式: 龙海珍, 孔会民, 岳萍, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES) 法测定铜阳极泥中的金含量[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(5): 49-51.

LONG Haizhen, KONG Huimin, YUE Ping, et al. Determination of Gold Content in Copper Anode Mud by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(5): 49-51.

金分析方法需要的时间长、成本高、环境污染大、对分析人员的职业健康存在风险^[8]。本文研究了用电感耦合等离子体发射光谱法快速测定铜阳极泥中金的方法。方法简单便捷,分析结果准确,在工业生产中大大提高了分析效率。

1 实验部分

1.1 主要仪器与工作条件

iCAP-7400 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(赛默飞世尔科技有限公司):RF 功率 1 150 W, 雾化器气体流量 0.5 L/min, 辅助气流量 0.5 L/min, 冷却气流量 13 L/min, 泵速 50 r/min。

1.2 主要试剂

金标准储备溶液(1 mg/mL):准确称取 0.500 0 g 纯金片(99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入新配制的王水 10 mL,溶解完全后移入 500 mL 容量瓶中,加王水 50 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

所用试剂均为分析纯;所有用水均为去离子水。

1.3 实验方法

称取 0.10 g(精确至 0.000 1 g)样品,放入 150 mL 的小烧杯中,加入 10 mL 新配制的王水,盖表面皿煮沸,蒸至湿盐状,取下冷至室温。加入 3 mL 王水,用水冲洗表面皿及烧杯内壁,煮沸取下,冷却。把溶液移入 100 mL 容量瓶中,定容至刻度线,摇匀待用。

1.4 标准工作曲线

由金单元素标准储备溶液逐级稀释,配制成 0、1.00、2.00、5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 系列标准溶液(介质为 3.0% 的王水),同时做空白实验。

2 结果与讨论

2.1 样品的前处理

铜阳极泥易溶解,考虑到金的性质,选用了王水和过氧化氢-盐酸溶样进行对比,经过实验,采用 5 mL 过氧化氢-10 mL 盐酸溶解样品,无需加热即

可完全溶解,溶样反映剧烈,用盐酸(5%)定容后,随着氧的释放溶液中有沉淀产生。采用 10 mL 王水低温溶解样品,用王水(3%)定容后,溶液稳定。故实验选择王水溶样,王水(3%)定容。

2.2 溶液介质的选择

考察了介质分别为盐酸、硝酸和王水在 1%、3%、5% 体积分数情况下的样品测定情况,发现在 1% 体积分数的情况下三种介质的溶液均比较浑浊,3%、5% 体积分数的硝酸介质溶液也比较浑浊,3%、5% 体积分数的盐酸、王水介质溶液清亮,实验表明,王水介质的样品更稳定一些,所以实验选择 3% 体积分数的王水介质定容。

表 1 溶液介质的影响

Table 1 Influence of solution medium

溶液介质体积分数%	1	3	5
盐酸	溶液浑浊	溶液清亮	溶液清亮
硝酸	溶液浑浊	溶液浑浊	溶液浑浊
王水	溶液浑浊	溶液清亮	溶液清亮

2.3 标准工作曲线与检出限

在仪器最佳工作条件下,测定标准溶液系列。以溶液浓度为横坐标,以能量值为纵坐标,绘制工作曲线,金的浓度在 0.0~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内与吸光度线性良好,线性相关系数为 $r=0.999\ 928$ 。在选定的实验条件下,对空白溶液连续测定 11 次,以 3 倍标准偏差计算方法中金的检出限为 0.09 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.4 加标回收率实验

为了测试方法的稳定性及考察误差来源,研究了空白加标、全过程空白加标、全过程样品加标、定容时样品加标等多种情况下的加标回收率,具体结果见表 2。

通过表 2 可以看出,全过程加标的测定结果低于空白加标和定容时加标的测定结果,这说明在样品处理的过程中会造成金的部分损失,但测定结果误差均控制住 10% 以内,满足生产要求。

表 2 加标回收率

Table 2 Standard recovery rate

名称	未加标值/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	加标量/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	测定值/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	加标回收率/%
空白加标	0.00	2 000	2 006	100
全过程空白加标	0.00	2 000	1 963	98.1
全过程样品加标	1 877	2 000	3 817	97.0
定容时样品加标	1 877	2 000	4 016	107

2.5 分析线的选择

在 iCAP-7400 光谱仪软件库中,Au 有 5 条分析谱线,并且背景校正值不一,选择金的全部分析谱线进行测定。按实验方法处理好已知金含量的铜阳

极泥样品,调试 iCAP-7400 处于最佳工作状态,按照实验给定工作条件进行测定,根据各条谱线给出的测试结果和样品中其它元素的干扰情况,最终选择干扰少、背景低、峰形对称、灵敏度适中的谱线作

为分析线,最终确定 Au 242.795 nm 为分析谱线。

2.6 干扰离子的影响

根据铜阳极泥中的元素含量,分别考察了 Cu²⁺、Pb²⁺、Ag⁺、Ni²⁺、As⁺共存离子对分析结果的影响。因实验选择的铜阳极泥样品中铜、铅含量是金含量的 15~40 倍,银、镍和砷含量是金含量的 10~20 倍,所以设计 40 倍的 Cu²⁺、Pb²⁺ 和 20 倍的 Ag⁺、Ni²⁺、As⁺进行干扰实验。在 6 个 100 mL 容量瓶中分别加入 2 mL 金标准溶液(100 μg/mL),再依次分别加入 8 mL 铜标准溶液(1 mg/mL)、8 mL 铅标准溶液(1 mg/mL)、4 mL 银标准溶液(1 mg/mL)、

4 mL 镍标准溶液(1 mg/mL)、4 mL 砷标准溶液(1 mg/mL),最后一个容量瓶铜、铅、银、镍和砷标准溶液全部加入,加入量与单独加入的一致,再加入 3 mL 王水定容,摇匀,测定。测定结果表明,40 倍金浓度的 Cu²⁺、Pb²⁺ 和 20 倍的 Ag⁺、Ni²⁺、As⁺不影响金的测定结果。

2.7 方法精密度和准确度实验

为确定方法的精密度和准确度,采用标准样品进行实验,平行称取标准样品 9 份,按照实验方法进行测定,测定结果如表 3 所示。

表 3 方法精密度和准确度实验

Table 3 Method Precision and Accuracy

样品名称	标准值/(μg·g ⁻¹)	检测值/(μg·g ⁻¹)					平均结果/(μg·g ⁻¹)	误差/(μg·g ⁻¹)	RSD/%
阳极泥	1 425	1 420.4	1 430.5	1 425.7	1 450.8	1 445.2	1 439.1	14.1	1.0
		1 460.2	1 457.8	1 433.2	1 427.9				

重复测定 9 次计算其相对标准偏差为 1.0%,测定结果平均值与已知值比较,误差在允许范围内。

3 结论

用王水溶样,电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜阳极泥中的金含量,方法分析速度快,分析结果准确可靠,可以用于指导生产,同时节约检测成本。

参考文献

- [1] 郭敏,奚长生,谷卫国,等.米氏酮分光光度法测定微量金的研究[J].广东化工,2012,39(9):160-161,135.
GUO Min, XI Changsheng, GU Weiguo, et al. Spectrophotometric determination of trace gold with michaelis ketone [J]. Guangdong Chemical Industry, 2012,39(9):160-161,135.
- [2] 付永立,赵丙辉,刘博雅,等.活性炭吸附-X射线荧光光谱法测定电子废弃物中金[J].冶金分析,2018,38(4):63-68.
FU Yongli, ZHAO Binghui, LIU Boya, et al. Determination of gold in electronic waste by activated carbon adsorption-x-ray fluorescence spectroscopy [J]. Metallurgical Analysis, 2018,38(4):63-68.
- [3] 刘秋波,王皓莹.活性炭吸附-火焰原子吸收光谱法测定粗硒中的金[J].中国无机分析化学,2015,5(2):67-69.
LIU Qiubo, WANG Haoying. Determination of gold in crude selenium by activated carbon adsorption-flame atomic absorption spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2015, 5(2):67-69.
- [4] 刘向磊,文田耀,孙文军,等.聚氨酯泡塑富集硫脲解脱-

石墨炉原子吸收光谱法测定地质样品中金铂[J].岩矿测试,2013,32(4):576-580.

LIU Xianglei, WEN Tianyao, SUN Wenjun, et al. Determination of gold and platinum in geological samples by furnace atomic absorption spectrometer with polyurethane foam plastics [J]. Rock and Mineral Analysis, 2013, 32(4):576-580.

[5] 曾妙先.火试金法在贵金属元素分析中的应用[J].黄金,2003,24(5):48-50.

ZENG Miaoqian. Application of fire assay in the analysis of precious metals[J]. Gold, 2003, 24(5):48-50.

[6] 朱宗波.直接灰吹法测定金泥中金和银的研究[J].中国无机分析化学,2018,8(4):51-55.

ZHU Zongbo. Study on direct ash blowing method for the determination of gold and silver in gold slurry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8(4):51-55.

[7] 宫雪.电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定硒碲渣中金含量[J].中国无机分析化学,2018,8(1):57-59.

GONG Xue. Determination of gold in selenium and tellurium residue by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018,8(1):57-59.

[8] 刘益锋,冯俊汉,李展江,等.电感耦合等离子体发射光谱法同时测定粗铜中金和银[J].冶金分析,2012,32(7):52-54.

LIU Yifeng, FENG Junhan, LI Zhanjiang, et al. Simultaneous determination of gold and silver in crude copper by inductively coupled plasma emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2012, 32 (7): 52-54.