

# 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定俄罗斯某地金精矿中砷的含量

罗海霞<sup>1,2</sup>

(1 北矿检测技术有限公司,北京 102628;

2 金属矿产资源评价与分析检测北京市重点实验室,北京 102628)

**摘要** 采用 HCl-HNO<sub>3</sub> 混和酸溶解金精矿样品,用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定。在选定的操作条件下,砷的检出限 0.018 μg/mL。相对标准偏差( $n=11$ ),RSD<2%,加标回收率在 98.2%~103%。用来测定金精矿中砷元素的含量,操作简单易行,能够满足日常生产需要。

**关键词** 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES);加标回收率;砷

**中图分类号**:O657.31;TH744.11 **文献标志码**:A **文章编号**:2095-1035(2019)01-0008-03

## Determination of Arsenic in Gold Concentrate of Russia by ICP-OES

LUO Haixia<sup>1,2</sup>

(1. BGRIMM MTC Technology Technical Co., Ltd., Beijing 102628, China;

2. Beijing Key Lab of Mineral Resource Evaluation & Analysis, Beijing 102628, China)

**Abstract** The gold concentrate samples were dissolved with HCl-HNO<sub>3</sub> mixed acid and determined by ICP-OES. Under the selected operating conditions, the detection limit of arsenic is 0.018 μg/mL. The relative standard deviation ( $n=11$ ) was less than 2% RSD and the recovery was between 98.2% and 103%. Using this method to determine arsenic content in gold concentrate is easy to operate and can meet daily production needs.

**Keywords** inductively coupled plasma emission spectra (ICP-OES); recovery rate; arsenic

### 前言

砷是火法冶金过程中的有害组分,送到冶炼厂中的精矿对其中砷的含量有严格的限制,所以需要

建立精矿中砷的准确测定方法。低含量的砷常用电感耦合等离子体质谱法<sup>[1]</sup>、原子荧光光谱法<sup>[2]</sup>、石墨炉原子吸收光谱法和电感耦合等离子体光谱法<sup>[3]</sup>。如赵艳兵<sup>[4]</sup>等使用氢化物发生-原子荧光光谱法测

收稿日期:2018-10-16 修回日期:2018-12-16

基金项目:国家重大科学仪器设备开发重点专项(2016YFF0102500)

作者简介:罗海霞,女,工程师,主要从事地矿及冶金样品无机元素的分析检测研究。E-mail:haixia0813@126.com

本文引用格式:罗海霞. 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定俄罗斯某地金精矿中砷的含量[J]. 中国无机分析化学,2019,9(1):8-10.

LUO Haixia. Determination of Arsenic in Gold Concentrate of Russia by ICP-OES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(1):8-10.

定合金中钢及合金中砷;赵彤<sup>[5]</sup>等使用离子色谱和电感耦合等离子体质谱联用测定大米中无机砷;杨金星<sup>[6]</sup>等使用石墨炉原子吸收光谱法测定低含量的砷;崔庆雄<sup>[7]</sup>等利用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定二氯氧锆中痕量和超痕量砷。而 ICP-OES 法测定金精矿中的砷目前为止还未曾报道。

本文使用 HCl-HNO<sub>3</sub> 混和酸溶解金精矿样品,易操作,准确度高,且砷含量能测到 30%。本实验

表 1 仪器测量参数

Table 1 Instrument operation parameters

射频功率/kW	观测高度/mm	雾化器流量/(L·min <sup>-1</sup> )	辅助气流量/(L·min <sup>-1</sup> )	等离子气流量/(L·min <sup>-1</sup> )	泵速/(r·min <sup>-1</sup> )
1.15	10	0.75	1.5	15	15

## 1.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,实验用水为超纯水(电阻率大于 18MΩ·cm);砷标准储备溶液(1 000 μg/mL,购于国家钢铁材料测试中心。

## 1.3 实验方法

### 1.3.1 样品处理

准确称取 0.1 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 玻璃烧杯中,加入 10 mL HNO<sub>3</sub> 置于电热板上低温加热溶解 10 min,取下稍冷,加入 15 mL HCl,至样品完全分解后,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀,静置澄清,干过滤。按仪器工作条件进行测定。随同试剂制备样品空白。

按表 2 分取滤液于 100 mL 容量瓶中,补加 10 mL HCl 后,用水稀释至刻度,混匀。随同试剂做空白实验。

表 2 分取体积

Table 2 Volume separation

w <sub>As</sub> /%	分取体积/mL	稀释后定容体积/mL
0.10~3.00	—	—
>3.00~10.0	10.00	50
>10.00~30.0	10.00	100

### 1.3.2 标准曲线的绘制

根据表 3 规定浓度配制砷系列标准溶液。按仪器工作条件测量,根据砷的发射强度和对应元素的浓度绘制标准曲线,标准曲线的相关性系数不小于 0.999。采用相同的仪器工作条件测定空白溶液和试剂溶液,根据标准曲线确定其中被测元素的浓度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶样方法的选择

对此次金精矿 1#~3# 样品,采用两种方案进行样品溶解:

通过加标回收和精密度实验,结果令人满意,表明该方法满足金精矿中砷的日常检验。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及工作条件

700-ES 系列全谱直读等离子体光谱仪(安捷伦科技公司);ICP ExpertT MII 操作软件。操作条件见表 1。

表 3 标准曲线系列

Table 3 Standard curve series

元素	STD-1	STD-2	STD-3	STD-4	STD-5
As/(μg·mL <sup>-1</sup> )	1.00	5.00	10.00	20.00	30.00

方案 1:称取 0.100 0 g 样品于 250 mL 玻璃烧杯中,加入 10 mL HNO<sub>3</sub> 置于电热板上低温加热溶解 10 min,取下稍冷,加入 15 mL HCl,低温加热溶解样品。

方案 2:称取 0.100 0 g 样品于 250 mL 玻璃烧杯中,加入 10 mL 盐酸、5 mL 硝酸、3 mL 氢氟酸、3 mL 高氯酸,在中低温电热板上加热溶解至冒高氯酸烟浓烟,蒸至湿盐状。实验结果见表 4 和表 5。

表 4 不同方案样品的溶解情况

Table 4 Dissolution of samples of different schemes

样品名称 溶样方法	1#	2#	3#
方案 1	样品溶解后, 有少许黑色 不溶物	样品溶解后, 有少许黑色 不溶物	样品溶解后, 有少许黑色 不溶物
方案 2	溶解完全, 样品清亮	溶解完全, 样品清亮	溶解完全, 样品清亮

表 5 方案 1 和方案 2 测定结果比较

Table 5 Comparison of test results between  
scheme 1 and scheme 2

样品编号	方案 1 测试结果/%	方案 2 测试结果/%
1#	1.82	1.79
2#	3.77	3.80
3#	7.66	7.71

从表 5 的结果可以看出方案 1 和方案 2 所得出的结果基本吻合,使用方案 1 溶解样品时,溶液中有黑色不溶物,是因为样品中含有一定量的碳,从表 5 的结果不影响砷的测定结果。方案 2 流程比较繁琐,所用试剂较多,不但增加成本、污染环境,而且操作起来费时费力,故本实验选择方案 1 作为最佳溶

样方法。

## 2.2 分析谱线的选择

砷常见测定的谱线波长有 188.980、193.696、197.198、228.812 nm, 俄罗斯金精矿中除有金外, 样品还含有钙、钾、铁、铅和锌、铈和少量的碳、硫, 实验结果表明这些元素的谱线基本不干扰砷的测定, 选择分析线以“强度大、峰形好、干扰少的谱线”为原则。砷选择的分析波长 188.980 nm。

## 2.3 标准曲线的线性范围和方法的检出限

砷的含量在 0~30  $\mu\text{g}/\text{mL}$  范围内线性关系良好, 工作曲线的线性方程为:  $y=72.538x+6.3035$ ; 相关系数:  $R^2=0.9999$ 。选取制备空白试液, 连续测定 11 次, 以测定结果标准偏差的 3 倍为测定元素的方法检出限。实验中金精矿砷的检出限为 0.018

$\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 2.4 共存元素干扰

俄罗斯金精矿中除含有少量的碳、硫外, 还有钙(7%)、钾(6%)、铁(6%)、铅和锌(0.50%)、铈(6%左右), 对样品中砷的测定可能存在干扰的共存元素进行了干扰实验, 实验结果表明对于 1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$  和 30.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的砷溶液, 钙(70  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )、钾(60  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )、铁(60  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )、铅(5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )、锌(5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )、铈(60  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 不干扰砷的测定。

## 2.5 方法的精密度

按实验方法测定俄罗斯金精矿样品, 每个样品连续测定 11 次, 计算其相对标准偏差。相对标准偏差( $n=11$ ),  $RSD < 2\%$ 。实验结果见表 6。说明方法有很好的稳定性。

表 6 精密度实验结果

Table 6 The precision of testing ( $n=11$ )

样品编号	测定值/%	平均值/%	标准偏差/%	RSD/%
1#	1.80 1.81 1.89 1.78 1.82 1.78 1.85 1.85 1.86 1.83 1.82	1.82	0.0359	2.0
2#	3.69 3.65 3.77 3.78 3.70 3.72 3.81 3.74 3.65 3.84 3.65	3.73	0.0666	1.8
3#	7.56 7.72 7.64 7.68 7.57 7.63 7.79 7.66 7.54 7.52 7.63	7.63	0.0826	1.1

## 2.6 加标回收实验

于同批样品中加入一定量的砷标准溶液按实验方法对金精矿进行加标回收实验, 测定其回收率。通过计算得到加标回收率均在 98.2%~103%。测定结果见表 7。

表 7 加标回收实验

Table 7 The recovery of testing

样品编号	加入砷量/ $\mu\text{g}$	测得砷量/ $\mu\text{g}$	回收率/%
1#	0	1820	-
	1000	2840	102
	2000	3793	98.7
	3000	4910	103
2#	0	3730	-
	2000	5694	98.2
	3000	6750	101
	5000	8762	101

由表 7 可以看出, 加标回收率在 98.2%~103%, 表明方法准确可靠, 能满足测定要求。

## 3 结论

采用盐酸和硝酸的混合酸溶解样品。方法的加标回收率为 98.2%~103%, 相对标准偏差( $n=11$ ),  $RSD < 2\%$ 。此方法精密度、准确度高, 且简单易操作, 能够满足金精矿日常生产分析检测的需要。

### 参考文献

[1] 张立锋, 李建亭, 高立红, 等. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)

法测定氧化钨中砷含量[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2018(8): 5-8.

[2] 段旭, 韩张雄, 白新悦, 等. 赶酸对微波消解-氢化物发生-原子荧光法测定谷物中砷元素的影响[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2018, 8(6): 5-8.

[3] 刘海波, 张园, 刘永玉, 等. 多谱拟合(MSF)电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定钨精矿中砷[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2016, 6(1): 30-33.

[4] 赵艳兵, 刘爱坤, 戴学谦, 等. 氢化物发生-原子荧光光谱法测定合金钢及合金中痕量元素铅、锡、砷、铈、铋的进展[J]. 现代科学仪器(*Modern Scientific Instruments*), 2011(3): 123-127.

[5] 赵彤, 李海龙, 周慧敏. 离子色谱-电感耦合等离子体质谱法测定大米中无机砷[J]. 理化检验-化学分册(*Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis*), 2011, 48(5): 603-606.

[6] 杨金星, 徐勇, 刘永静, 等. 微波消解石墨炉原子吸收光谱法测定日本遗弃化学武器污染样品中总砷[J]. 分析试验室(*Chinese Journal of Analysis Laboratory*), 2018, 37(5): 519-523.

[7] 崔庆雄, 谢红兵, 毛禹平. 蒸馏分离-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定二氯氧铅中痕量和超痕量砷[J]. 冶金分析(*Metallurgical Analysis*), 2014, 34(11): 24-27.