

电感耦合等离子体发射光谱法测定锌精矿中的铟

马丽

(北京矿冶研究总院, 北京 102600)

摘要 应用电感耦合等离子体发射光谱法测定锌精矿中的铟, 确定了最佳工作条件, 选择了最佳分析谱线, 并利用标准加入法和基体匹配法验证了方法的准确性。样品用氟化氢铵、盐酸、硝酸、高氯酸溶解, 用盐酸定容。结果表明, 电感耦合等离子体发射光谱法与萃取分离盐酸羟胺示波极谱法测定的铟含量结果一致。方法准确, 快速, 加标回收率为 99.6%~101.7%, 相对标准偏差为 0.97%~2.1%。

关键词 锌精矿; 铟; 电感耦合等离子体发射光谱; 基体干扰

中图分类号: O657.31; TH744.11 **文献标志码:** A **文章编号:** 2095-1035(2013)02-0050-03

Determination of Indium in Zinc Concentrate by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

MA Li

(Beijing General Research Institute of Mining and Metallurgy, Beijing 102600, China)

Abstract A method for determining indium in zinc concentrate by inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES) is reported. Optimal conditions were determined and best spectral lines were selected. The accuracy of the ICP-AES method was tested using the standard addition method and the matrix matching method. The sample was digested in ammonium hydrogen fluoride, hydrochloric acid, nitric acid and perchloric acid. Then the salts were leached by hydrochloric acid. The results indicated that the method was applicable for the determination of indium in zinc concentrate, and the indium contents determined by the ICP-AES method were in good agreement with those determined by the oxammonium hydrochloride medium oscillopolarographic method. The method is precise and rapid. The recovery of standard addition and precision tests were made, with the recoveries of 99.6%~101.7% and the relative standard deviations of 0.97%~2.1%.

Keywords zinc concentrate; indium; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; matrix interference

0 引言

铟是一种具有综合利用价值的稀有稀散元素, 被广泛应用于电导、热导材料, 越来越多的电子产品使用含铟的显示屏, 所以铟逐渐成为信息技术中的一种重要材料^[1]。但由于其在自然界中存在的量少导致其价格昂贵。锌精矿中常伴有铟的存在, 对锌

精矿中铟的含量进行准确的分析, 对综合评价锌精矿具有重要的意义^[2]。常见的分析铟的方法有光度法、盐酸羟胺底液示波极谱法以及萃取分离后原子吸收光谱法测定^[3]。这些方法都需要使用大量有机试剂, 工艺流程长, 易造成污染和损失, 且不适合大批量进行分析。利用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)研究了锌精矿中铟测定的最佳条

件,拟定了分析方法,通过对样品的测定和其他方法的比对,结果满意^[4]。

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 Expert™ II 操作软件。

高频发生器功率:1.15 kW;等离子气流量:15 L/min;辅助气流量:1.5 L/min;雾化气流量:0.60 L/min;观察高度:10 mm;蠕动泵转速:15 r/min;清洗时间:15 s;稳定时间:15 s;一次读数时间:5 s;各次读数:2 次。

1.2 试剂

锌基体溶液(10 mg/mL):用质量分数大于 99.99%的纯锌配制。

铁基体溶液(10 mg/mL):用质量分数大于 99.99%的纯铁配制。

锰基体溶液(1 mg/mL):用质量分数大于 99.99%的纯锰配制。

钢标准储备溶液(1.0 mg/mL):称取 1.000 0 g 光谱纯的金属钢,溶于 20 mL 盐酸中,水浴加热溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶,再加入 30 mL 盐酸,以水定容至刻度,摇匀。并用此标准储备溶液配制

成 100 μg/mL 的钢标准工作溶液。

分析过程中仅使用分析纯试剂和二次去离子水。

1.3 实验方法

准确称取 0.200 0 g 样品于 150 mL 烧杯中,加入 0.5~1 g NH₄HF₂,少量水润湿,加入 15 mL 盐酸在电热板上低温溶解片刻,再加入 5 mL 硝酸,继续加热溶解 2~3 min,取下稍冷,加入 3 mL 高氯酸,冒烟至近干,取下冷却至室温,加 10 mL 盐酸,煮沸,取下,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,以水定容,摇匀,随同样品做试剂空白。按选定的仪器工作

条件与标准溶液同时测定。

2 结果与讨论

2.1 溶样方法的选择

锌精矿中通常会含有较高的硅和硫,以及少量的碳。所以实验中选择加入少量氟化氢铵,先用盐酸溶解除去大部分硫,再加入硝酸处理样品,然后加高氯酸冒烟除碳硫以及氟,最后用盐酸溶解盐类。经实验证明,该方法能将样品溶解成澄清的溶液,并获得理想的测定结果。

2.2 酸度的选择

实验比较了测定盐酸体积分数为 2%~25%对钢测定的影响,结果表明,测定时盐酸酸度对测定结果的影响不明显。实验选择样品的介质为盐酸(10%)。

2.3 分析谱线的选择

常见测定钢的谱线波长为 325.609,303.936,230.606 和 410.176 nm,锌精矿中除了主成分锌(40%~65%)外,还存在较高的铁(6%~20%),有些还含有少量锰(0.1%~5%),而铁和锰是干扰钢测定的主要元素,根据光谱谱线表^[4]和仪器软件的谱线图,410.176 nm 谱线轮廓清晰,未发现明显的光谱干扰。

分别利用标准曲线法和标准加入法对锌精矿中钢含量进行测定。取 4 个 100 mL 的容量瓶,分别加入 0,1,2,5 mL 钢标准溶液(100 μg/mL),用盐酸(1.2 mol/L)定容,得到标准曲线法的标准系列溶液;分别从 1.3 样品溶液中取出 4 份 10 mL 的样品于 4 个 25 mL 的容量瓶,分别加入 0,1,2,5 mL 钢标准溶液(100 μg/mL)(试剂空白同样取 10 mL),用盐酸(1.2 mol/L)定容。试剂空白与该加标标准溶液一起构成标准加入法的标准系列。样品在不同谱线下的测定结果见表 1。

表 1 样品测定结果								
Table 1 Determation results of samples								
波长/nm	标准曲线法钢含量				标准加入法钢含量			
	410.176	303.936	230.606	325.609	410.176	303.936	230.606	325.609
1#	0.568	0.644	0.492	1.000	0.572	0.586	0.577	1.026
2#	0.784	0.881	0.694	1.248	0.779	0.789	0.794	1.238

从表 1 可以看出,两种测量方法在波长为 410.176 nm 的谱线下测量结果一致。标准曲线法波长为 303.936,230.606 和 325.609 nm 的谱线测量存在干扰,标准加入法波长为 410.176,303.936

和 230.606 nm 的三条谱线测定结果较一致,由此证明 410.176 nm 谱线测量结果准确性较高。325.609 nm 谱线存在严重的铁和锰的干扰^[5],由表 1 中的数据还可以看出,比较严重的光谱干扰通过

标准加入法得不到好的校正效果。

综合光谱干扰的相关资料以及以上实验数据,实验选择波长为 410.176 nm 的谱线对锌精矿中的钢进行测定。

2.4 基体干扰

对锌精矿中钢的测定可能存在干扰的元素进行了干扰实验,实验结果表明对于 1 μg/mL 的钢,锌(1.2 mg/mL),铁(0.4 mg/mL),锰(0.1 mg/mL)不干扰钢的测定。

2.5 加标回收和精密度试验

按 1.3 实验方法制备三组样品,其中两组在溶解样品前加入一定量的钢标准溶液,按照标准曲线法对样品中钢的含量进行测定。结果见表 2。

表 2 回收率与精密度

Table 2 Recoveries and precision(n=11)

样品	加入量/ (μg·mL ⁻¹)	测得值/ (μg·mL ⁻¹)	回收率/ %	相对标准 偏差 RSD/%
1#	0	1.419		2.1
	1	2.422	100.3	1.7
	2	3.435	100.8	1.5
2#	0	1.960		1.9
	1	2.977	101.7	1.4
	2	3.951	99.6	0.97

由表 2 可以看出,该方法的回收率较高,标准偏差较小,此方法可行性较高。

2.6 实验结果对比

将 ICP-AES 法与萃取分离盐酸羟胺底液示波极谱法^[6]测定的锌精矿中钢的结果进行对照,结果见表 3。

表 3 实验结果比对

Table 3 Comparison of experimental results /%

样品	ICP-AES	示波极谱法
1#	0.071	0.069
2#	0.098	0.095

由表 3 可以看出,ICP-AES 法和萃取分离盐酸羟胺底液示波极谱法测定钢的结果基本一致,由此证明 ICP-AES 法测定锌精矿中钢具有较高的准确性。

3 结语

通过以上的实验数据表明,用 ICP-AES 法直接测定锌精矿中钢的含量,方法简便快速,易于掌握,测定回收率和精密度高,准确性好。避免了大量有机试剂的使用,缩短了流程,提高了分析测试的效率,并能满足批量生产分析的需要。

参考文献

[1] 王丽芳,王炎. 锰铁炼制烟尘中钢的测定[J]. 化学工程师,2010,183(12):26-28.

[2] 王艳红. 锌精矿中钢的极谱测定探讨[J]. 有色矿冶,2006,22(2):57-58.

[3] 刘婷. 火焰原子吸收光谱法测定钢的方法探讨[J]. 湖南有色金属,2006,22(4):56-57.

[4] 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.

[5] 辛仁轩. 电感耦合等离子体光源—原理、装置和应用[M]. 北京:冶金工业出版社,1984:280-290.

[6] 北京矿冶研究总院测试研究所. 有色冶金分析手册[M]. 北京:冶金工业出版社,2004:336-338.