

ICP-AES 测定铜精矿中的硫

李海涛^① 焦立为 殷新 沈珂

(新疆维吾尔自治区分析测试研究院 乌鲁木齐市科学北路 374 号 830011)

摘 要 试样经微波消解后,采用 ICP-AES 测定铜精矿中的硫含量。按本法所测铜精矿标准物质 (GBW 07166) 中硫含量,推荐值为 $33.8\% \pm 0.3\%$,6 个平行样测定平均值为 33.6% ,测定结果的相对标准偏差 RSD 为 0.318% 。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;铜精矿;微波消解;硫

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)05-2612-03

1 引言

铜的用途很广,主要用于电气、机械、化工、国防及交通运输等。而铜在自然界中分布很广,已发现的含铜矿物约有 170 多种,在地壳中约占 0.01% 。铜常与硫元素伴生,铜的主要含硫工业矿物有黄铜矿 CuFeS_2 、斑铜矿 Cu_5FeS_4 、辉铜矿 Cu_2S 、铜蓝 CuS 、黝铜矿 $4\text{Cu}_2\text{S} \cdot \text{Sb}_2\text{S}_3$ 等^[1]。快速准确地测定铜精矿中的硫含量,可以直接为生产服务,对改进铜矿精选工艺,提高铜矿的回收利用率,节约资源,创建可持续发展的和谐社会提供科学依据,具有一定的现实意义。

目前,测定铜精矿中的硫含量主要分析方法有重量法和燃烧-滴定法等。但由于铜精矿中基体成分较为复杂,需分析的元素较多;常规化学法中的重量法和燃烧-滴定法,存在试样前处理相对烦琐,速度慢,且线性范围窄的缺点;本文采用 ICP-AES,样品经微波消解后定容,即可上机测定,同时可测定其他所需的多种元素;所测铜精矿标准物质 (GBW 07166),结果与推荐值相对比,测定误差、RSD 及相关系数均在允许的范围内,方法适用于铜精矿中硫含量的快速测定。

2 实验部分

2.1 仪器及工作条件

725 ES 全谱直读等离子体光谱仪,中阶梯光栅二维色散分光系统,Varian 72x/73x series camera assy CCD 检测器(分辨率: 0.007nm),波长范围 $160\text{--}900\text{nm}$ (美国瓦里安公司);联想启天 4300 计算机。

工作条件:空冷自激制高频发生器,频率: 40.68MHz ;功率: 1.2kW ;辅助气流量 1.5L/min ;雾化气流量 0.55L/min ;等离子气流量 15.0L/min (以上均为氩气);蠕动泵泵速 15r/min ;测定时间 2s 。

① 联系人,电话: (0991) 3835897;手机: (0) 18999861994;E-mail: 123lht123@163.com

作者简介:李海涛(1977—),男,乌鲁木齐市人,中级实验师,主要从事光谱分析工作。

收稿日期:2010-11-12;接受日期:2010-11-29

2.2 标准溶液与试剂

硫的标准工作溶液浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 用硫酸钾(优级纯)配制, 并逐级稀释至所需不同浓度溶液。

表 1 列出了所测硫元素的波长及检测范围。

表 1 所测硫元素的波长及检测范围

元素	波长(nm)	检测范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)
硫	180.7	0.2—3000

试剂为盐酸(分析纯)、硝酸(分析纯)、双氧水(分析纯), 铜精矿成分分析标准物质 GBW07166 (GSO-5, 廊坊物化勘察研究所)。文中所用王水(1+ 1)为王水与水溶液的体积比为 1 : 1。实验用水为二次去离子水。

2.3 样品溶液的制备

试样在 105 $\pm$ 5 $^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中烘 2h, 以去除试样中的水分, 烘干后放入盛有硅胶的干燥器中保存, 冷却至室温后进行称量。

准确称取样品 0.2000g 于微波炉的消解罐内, 加入王水(1+ 1) 10mL、双氧水(20%) 2mL 后, 按表 2 程序进行消解处理, 消解后的样品溶液转移至 100mL 容量瓶中, 用水定容, 待测。

表 2 微波炉消解程序

阶段	1	2	3	4	5
功率(W)	1650	0	0	0	0
压力(kPa)	130	20	20	20	0
间隔时间(s)	1000	0	0	0	0
保持时间(s)	2000	0	0	0	0
温度($^{\circ}\text{C}$)	190	200	200	200	200

2.4 测定

按照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作条件, 测试待测液的浓度。再用二次去离子水代替试样, 采用和“2.3 节”相同的步骤和试剂, 制备全程序空白溶液。并按步骤进行测定。每批样品至少制备两个以上的空白溶液。

3 结果与讨论

GB/T 3884.3-2000 铜精矿中硫含量的测定^[2], 方法 1 的重量法测定硫量及方法 2 的燃烧-滴定法测定硫量的实验步骤均较烦琐, 一次实验至少需要 6h。

本法采用微波消解试样, 加入王水(1+ 1)和双氧水(20%)使试样中的硫以硫酸盐的形式在溶液中, 转移至容量瓶中定容, 即可上机测定, 整个实验过程不到 2h, 测定范围: 0.01%—50% 硫量。

按 GB/T 3884.3-2000 中方法 1: 重量法测定硫量, 结果见表 3, 本方法测定结果见表 4。

表 3 重量法测得铜精矿标准物质中硫结果

(%)

样品名称	S 推荐值	1	2	3	4	5	6	$\bar{X}$	RSD
铜精矿标准物质 (GBW 07166)	33.8 $\pm$ 0.3	33.9	33.7	33.9	33.8	34.0	33.8	33.8	0.283

表 4 ICP-AES测得铜精矿标准物质中硫结果

(%)

样品名称	S 推荐值	1	2	3	4	5	6	$\bar{X}$	RSD
铜精矿标准物质 (GBW 07166)	33.8 $\pm$ 0.3	33.4	33.6	33.6	33.7	33.5	33.7	33.6	0.318

由分析数据得出, 常规化学法中的重量法及本方法均能满足实验对数据的要求, 本方法即能保证快速准确测定, 又能满足一般技术考核的要求。

4 结论

本法采用 ICP-AES, 称样量仅需 0.2g, 经微波消解溶样后定容, 即可上机测定。选用铜精矿标准物质 (GBW 07166) 作为测试试样, 经常规重量法与 ICP-AES 的对比实验, 测定结果均符合标准物质证书和 GB/T3884.3-2000 方法对准确度和精密度的要求。采用本方法具有快速、简捷、安全及分析准确度高等优点, 方法适用于铜精矿中硫含量的快速测定, 具有一定的推广应用价值。

参考文献

- [1] 岩石矿物分析编写小组. 岩石矿物分析[M]. 北京: 地质出版社, 1974. 331—340.
[2] 中华人民共和国国家标准. 铜精矿化学分析方法 硫量的测定[S]. GB/T3884.3-2000. 北京: 中国标准出版社, 2004. 108—113.

Determination of Sulfur in Copper Concentrate by ICP-AES

LI Hai-Tao JIAO Li-Wei YIN Xin SHEN Ke

(Xinjiang Uygur Autonomous Region Academy of Instrument Analysis, Urumuqi 830011, P. R. China)

Abstract The samples were treated by microwave digestion, and the content of sulfur in copper concentrate was determined by ICP-AES. The content of sulfur in the copper concentrate standard sample (GBW 07166) was measured by this method. The recommended value of the standard substance was $33.8 \pm 0.3\%$. The average of 6 duplicate samples was 33.6% , and the RSD was 0.318% for detection result.

Key words ICP-AES; Copper Concentrate; Microwave Digestion; Sulfur

这真是令人啼笑皆非
——由重大发明写成的论文被判为“没有发表价值”

欢迎作者将被他刊拒绝的佳作再投本刊

在物理学的科技成就中, 激光可算是仅次于核能的 1 项重大发明创造。第 1 台激光器是 1960 年由美国物理学家梅曼 (见本刊《邮票上的科学家——佼佼者之路》一书中之 M4) 发明的。然而《物理评论快报》却拒绝刊登梅曼的论文, 理由是: 这是微波激射物理方面的文章, 对快速出版物不再有价值。这真是令人啼笑皆非!

接着, 梅曼将论文寄到了英国《自然》杂志, 这篇 300 字的简短文章立即被接受。发表后引起全世界轰动。后来, 梅曼被列入了美国发明家名人堂。

为了吸取历史教训, 本刊收到的论文, 即使其观点与审稿人有尖锐的意见冲突, 只要是言之有理, 也给予发表。因为“仁者见之谓之仁, 智者见之谓之智”(《周易·系辞上》), 不同人从不同角度看问题, 难免不同。我们欢迎作者将被他刊判为“没有发表价值”的佳作, 再投本刊。

繁荣学术交流事业, 需要“宽容”精神!

光谱实验室编辑部