

ICP-AES 测定工业硫酸中的铁、砷、铅和汞

龚 昌 合^①

(金隆铜业有限公司 安徽省铜陵市金山路 244021)

摘 要 用 ICP-AES 同时测定工业硫酸样品中的铁、砷、铅、汞。方法加标回收率为 97%—110%, 11 次测定的 RSD($n=11$) 小于 2.4%。方法操作方便, 分析速度快, 结果准确。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 硫酸, 铁, 砷, 铅, 汞。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2006)03-0558-03

1 前言

工业硫酸中 Fe、As、Pb、Hg 是硫酸生产中重要的控制指标, 也是硫酸质量的重要指标, 这些杂质的测定^[1]一般采用原子吸收法、分光光度法或冷原子吸收法等方法, 这些分析方法试样处理烦琐, 操作较为复杂, 难以掌握, 测定周期长, 有时要使用有机和有毒试剂。本文研究了 ICP-AES 直接测定硫酸中杂质的条件, 实验证明, 本方法具有快速、准确、灵敏度高、精密度高的优点。

2 实验部分

2.1 仪器与工作条件

IRIS Intrepid 型 ICP-AES(美国 Thermo Elemental 公司); 中阶梯光栅+石英棱镜二维分光系统, CID 检测器, 波长范围 165—1000nm, 可拆卸石英炬管, 同心雾化器, 旋流雾化室, 0—200rpm 连续可调的四通道蠕动泵。工作条件: 频率 27.12MHz, RF 功率 1150W。工作气体为氩气(体积分数 99.99%), 冷却气流量 14L/min, 辅助气流量 0.5L/min, 载气压力 0.165MPa, 蠕动泵泵速 130rpm, 观测高度 13mm, 雾化器压力 193.1kPa, 试样冲洗时间 20s, 积分时间 20s。各元素的分析线: Fe 259.940nm{129}、As 193.759nm{173}、Pb 220.353nm{153}、Hg 194.227nm{173}。

2.2 试剂

Fe、As、Pb、Hg 标准储备液^[2]: 单元素标准液, 1.0mg/mL。实验所有试剂均为优级纯, 实验用水为高纯水。

2.3 样品处理

准确称取硫酸试样 20.00g 于 100mL 小烧杯中, 加入 2mL 高氯酸, 放电炉上蒸发至近干, 取下冷却至室温后, 加入 2.5mL 盐酸, 电炉上低温使盐类溶解, 取下冷却至室温, 定容 50mL, 待测。

① 联系人, 电话: (0562) 3868679(办); E-mail: gch@jinlongcopper.com

作者简介: 龚昌合(1969—), 男, 江苏省徐州市人, 工程师, 主要从事光谱仪器分析及其它仪器分析的研究应用。

收稿日期: 2006-01-12; 接受日期: 2006-02-17

2.4 校准曲线

按表 1 把 Fe、As、Pb、Hg 标准储备液分别加入到 50mL 容量瓶中,再分别加入 2.5mL HCl 和 0.5mL H₂SO₄,用水定容配制标准溶液系列。

按照选定的工作条件绘制校准曲线,把标准溶液 1 作为空白,利用校准曲线测定样品中的 Fe、As、Pb、Hg。

3 结果与讨论

3.1 分析线的选择^[3]

CID 检测器可以获得反映样品溶液中所有元素谱线信息的“指纹”信息照片,谱线库中拥有 2 万多条谱线及其强度、干扰等各种信息,每种元素可选的分析线较多。本文以没有其他谱线干扰、左右背景均匀、灵敏但不饱和以及信噪比大等原则,选择各元素的分析线如 2.1 所示。

3.2 酸度效应

实验表明,当溶液中的硫酸含量变化时,对 Fe、As、Pb、Hg 的测定均有影响,但当硫酸含量在 2% 以下时,基本无影响;10% 以下的盐酸对测定亦无影响。为使标准溶液系列和样品的酸度一致,所以在标准溶液系列中加入 5% 的 HCl 和 1% H₂SO₄,同时也能消除基体效应。

3.3 共存元素间的干扰^[4,5]

ICP-AES 测定中主要干扰为光谱干扰,工业硫酸中主要杂质元素为 Fe、As、Pb、Hg,通过加标测定干扰情况,结果见表 2。由表 2 可见,样品中共存元素间不存在光谱干扰。

表 2 元素间干扰实验测定表 (I)				
测定元素	加入元素及加入量(μg/mL)			
	Fe(10)	As(5)	Pb(5)	Hg(5)
Fe	105.4(纯标)	105.0	105.5	105.2
As	21.3	21.2(纯标)	21.3	21.1
Pb	11.6	11.8	11.9(纯标)	11.8
Hg	91.5	89.9	91.2	91.1(纯标)

3.4 方法检出限

对空白溶液进行 7 次测定,以 3 倍的标准偏差定为方法的检出限,结果如下(ng/mL): Fe(6.9)、As(7.8)、Pb(11.6)、Hg(3.5)。

3.5 方法的精密度和加标回收实验

分别对工业硫酸样品 1(样品中人工加入 Fe、As、Pb、Hg)和样品 2(样品中人工加入 Fe、As、Pb、Hg)进行 11 次测定,方法的精密度和回收率见表 3。

表 3 方法的精密度和回收率 (n= 11)										
元素	样品 1					样品 2				
	原测定值 (μg/mL)	加入量 (μg/mL)	测定值 (μg/mL)	RSD (%)	回收率 (%)	原测定值 (μg/mL)	加入量 (μg/mL)	测定值 (μg/mL)	RSD (%)	回收率 (%)
Fe	8.35	5.00	13.40	0.4	110	11.28	10.00	21.95	0.3	106
As	0.10	0.50	0.59	2.4	98	0.68	1.00	1.68	0.6	100
Pb	0.37	0.50	0.90	0.8	106	1.06	1.00	2.11	0.5	105
Hg	0.10	0.50	0.59	2.1	98	0.16	1.00	1.13	1.0	97

由表 3 可见,本方法的回收率在 97%—110% ,相对标准偏差为 0.3%—2.4% ,完全满足工业硫酸分析的要求。

3.6 分析方法结果对照

分别取 4 个工业硫酸样品,按 2.3 的样品处理方法处理,按照 2.1 的仪器工作条件进行测定与国标的方法进行比照,比照结果见表 4。

表 4 样品分析结果比照

分析 元素	样品 3		样品 4		样品 5		样品 6	
	本方法	国标法	本方法	国标法	本方法	国标法	本方法	国标法
As(10 ⁻⁴ %)	4.10	4.02	3.60	3.71	6.30	6.35	0.10	0.12
Fe(10 ⁻⁴ %)	11.20	11.35	6.51	6.55	17.00	16.79	2.09	1.98
Pb(10 ⁻⁴ %)	0.13	0.07	0.22	0.22	0.51	0.60	0.12	0.11
Hg(10 ⁻⁴ %)	0.10	0.13	0.44	0.37	0.15	0.11	0.10	0.05

注:本方法为 ICP-AES 光谱法。

国标法为 GB534-2002 工业硫酸中的分析方法,其中 As 采用乙基二硫代氨基甲酸银光度法,Fe 采用原子吸收分光光度法,Pb 采用原子吸收分光光度法,Hg 采用冷原子吸收分光光度法。

由表 4 可见,对本方法和国标方法的分析结果进行比较,并无显著性差异,本方法为硫酸工业生产提供了简便、快速的分析方法。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家标准. 工业 硫酸[S]. GB534-2002. 北京: 中国标准出版社, 2002.
[2] 中华人民共和国国家标准. 化学 试剂杂质测定用标准溶液的制备[S]. GB602-88. 北京: 中国标准出版社, 1988.
[3] 邱德仁. 原子光谱分析[M]. 上海: 复旦大学出版社, 2001. 3.
[4] 陈新坤. 电感耦合等离子体光谱原理和应用[M]. 天津: 南开大学出版社, 1987.
[5] 辛仁轩编. 电感耦合等离子光源——原理, 装置和应用[M]. 北京: 《光谱实验室》编辑部, 1984.

Determination of Fe, As, Pb and Hg in Sulfuric Acid by ICP-AES

GONG Chang-He

(Jinlong Copper Co.Ltd., Tongling, Anhui 244021, P. R. China)

Abstract The amounts of Fe, As, Pb and Hg in sulfuric acid were determined rapidly by ICP-AES. The average recovery is 97%—110% with relative standard deviation of 0.3%—2.4%. The method was applied to the analysis of the samples with satisfactory results.

Key words ICP-AES, Sulfuric Acid, Iron, Arsenic, Lead, Mercury.

本刊可上网查阅

由于本刊在 2001—2005 年被《中国核心期刊(遴选)数据库》收录,全文上网,因此,读者、作者均可直接上网查阅。网址:

- http://www.periodicals.net.cn
- http://www.wanfangdata.com.cn
- http://gpsys.periodicals.net.cn
- http://gps.chinajournal.net.cn