

ICP-OES 测定铜尾矿中锡的含量

迟 明 玉^①

(东北大学研究院分析测试中心 沈阳市文化路三号巷 110004)

摘 要 采用电感耦合等离子体-发射光谱法(ICP-OES)测定了铜尾矿中锡的含量。该方法检出限为 0.006%,加标回收率为 98.3%—102.8%。对国标样品的测定结果令人满意。方法简单快捷,对矿物中锡含量的测定具有参考意义。

关键词 铜尾矿; 锡; 电感耦合等离子体-发射光谱法

中图分类号: O 657.31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1004-8138(2011)04-2063-03

1 引言

锡是一种重要的金属元素,其金属单质及化合物在工业上有许多重要的用途。近年来,锡的消耗量不断增加,价格也日益走高。从各种含锡矿物中提取利用锡资源,也成为一种经济可行的方法。矿物中锡含量测定的国标方法采用碘量法,比较繁琐,难以掌握,只适用含量在 0.2% 以上的矿物^[1]。采用 ICP-OES 等现代仪器测定矿物中的锡含量,可以获得更低的检出限,将成为今后的主流方法。由于矿物中的锡主要以 SnO₂ 形式存在,难溶于普通无机酸,采用 HF 处理样品又会导致锡的损失。因此,样品的前处理比较关键。本文针对某种含锡的铜尾矿,采用 Na₂O₂ 熔融分解样品,ICP-OES测定锡的含量。方法快捷,操作简单,并在实际工作中得到应用,取得了较好的效果。

2 实验部分

2.1 仪器及工作条件

Optima 4300DV 全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 PE 公司)。
观测方向为轴向观测,工作参数见表 1。

表 1 仪器工作参数

功率 (kW)	雾化气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	冷却气流量 (L/min)	蠕动泵流速 (mL/min)
1.5	1.5	0.2	15.0	1.50

2.2 主要试剂及材料

Na₂O₂、盐酸、SnO₂ 均为优级纯;光谱纯金属锡(99.99%,上海试剂一厂);锡标准溶液:1000μg/mL,称取 0.2500g 光谱纯金属锡,于 150mL 烧杯中,加入 10mL 浓度为 36% 的盐酸,低温

① 联系人,电话:(024) 83687675; E-mail: cmy_neu@163.com
作者简介:迟明玉(1977—),男,吉林省东辽县人,助理研究员,硕士,主要从事仪器分析工作。
收稿日期:2011-05-31;接受日期:2011-06-21
© 1994-2011 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c

加热溶解,冷却后用 1:1 盐酸定容到 250mL 容量中;30mL 铁坩埚。实验用水为二次去离子水。

锡矿标准样品 BY 0109-1(0.930%,个旧市云南锡业公司);锡矿标准样品 GBW 07282 (1.27%,武汉地质矿产部武汉综合岩矿测试中心);锡矿标准样品 GBW 07281(4.47%,武汉地质矿产部武汉综合岩矿测试中心)。

2.3 样品前处理

称取 0.5000g 样品、2.0g Na₂O₂ 置于铁坩埚中,搅拌均匀,然后再覆盖 1.0g Na₂O₂。将铁坩埚置于已经升温至 700℃ 的马弗炉中,并保持温度 15min。取出稍冷,置于 250mL 烧杯中,加 50mL 水提取,取出并洗净坩埚^[1]。冷却至室温后,加入 50mL 36% 的盐酸酸化,待溶液澄清后用去离子水定容到 250mL 容量瓶中。

2.4 校准曲线的绘制

在 4 个铁坩埚中,分别称 3.0g Na₂O₂,按样品前处理方法处理。分别加入锡标准溶液 0,1,2,3mL,所得到的溶液锡浓度分别为:0,4,8,12μg/mL。以 0μg/mL 的溶液为空白,以其他 3 个溶液绘制校准曲线。

3 结果与讨论

3.1 仪器参数的选择

由于 Sn 属于较难激发的元素,选择高的功率有助于提高谱线的发射强度。采用 Na₂O₂ 融解样品会提高分析溶液的总固体溶解量,造成等离子焰不稳定,影响测定。通过实验,采用 1.5kW 的功率和 1.5L/min 的雾化气流量,可以得到较好的分析数据。选用的谱线为 189.9nm。

3.2 检出限的测定

本文采用空白溶液连续测定 10 次的标准偏差的 3 倍作为仪器的检出限^[2]。检出限为 0.006%。

3.3 方法的准确度

3.3.1 加标回收率

对分析样品加入一定量的 SnO₂,按照样品处理方法处理,计算其回收率,结果如表 2。

表 2 加标回收率 (n= 5)				
样品原含量	加标量	测定总量	回收率	RSD
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
0.325	0.252	0.584	102.8	0.96
0.325	0.441	0.762	99.1	1.03
0.325	0.536	0.869	101.5	0.78
0.325	0.819	1.130	98.3	1.15

回收率为 98.3%—102.8%,能够满足分析要求。

3.3.2 标样的分析结果

按照本实验方法对国标样品进行检测,所得结果如表 3。

表 3 标准样品分析结果 (n= 5)		
样品名称	标准值(%)	本方法实测值(%)
BY 0109-1	0.930	0.975
GBW 07282	1.270	1.325
GBW 07281	4.470	4.325

4 结论

实验结果表明, 此方法测定铜尾矿中的锡比国标方法简单、快速、易于操作, 充分发挥了 ICP-OES 的优点。结果也比较准确, 在实际工作中取得了比较满意的结果。此方法对于含锡矿物中锡含量的测定具有较普遍的意义。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家标准. 锡矿石化学分析方法 碘量法测定锡量[S]. GB/T 15924-1995. 北京: 中国标准出版社, 1996.
[2] 中华人民共和国国家标准. 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则[S]. GB/T 23942-2009. 北京: 中国标准出版社, 2010.

Determination of Tin in Copper Tailing by ICP-OES

CHI Ming-Yu

(Analysis and Testing Center, Research Academy, Northeastern University, Shenyang 110004, P. R. China)

Abstract Inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES) was used to determine tin in copper tailing. The detection limit was 0.006%, the recovery was in the range of 98.3%—102.8%. It was satisfied to the national standard sample's determination. The method is simple and rapid, and has reference significance to the determination of tin in mineral.

Key words Copper Tailing; Tin; ICP-OES

如何上网查阅核心期刊发表的论文
(你的论文在发表后约两个月, 上网才能检索到)

1. 在浏览器的地址栏上输入“核心期刊”。当出现菜单后, 点击“核心期刊目录”, 再点击“中文核心期刊要目总览(2008版)”, 即可查阅各学科的“核心期刊”。若要查阅《光谱实验室》, 请查第4编: 自然科学, 再查06/07—化学/晶体学”, 第21号即是。
- 也可以在浏览器的地址栏上输入 www.google.cn 或 www.baidu.com, 再输入“核心期刊”后, 点击“中文核心期刊要目总览(2008版)”, 即可查阅各学科的“核心期刊”。
2. 上中国期刊网, 点击“核心期刊导航”。
- 1) 在浏览器上输入“www.cnki.net”然后回车, 进入中国知网(即中国期刊网)首页。
- 2) 找到“学术文献总库特色导航”, 点击“期刊大全(9268种)”, 进入“中国学术文献网络出版总库”。
- 3) 点击左侧“核心期刊导航”, 首页出现后, 找到“第四编自然科学(351种期刊)”, 即可查阅自然科学各学科的“核心期刊”。若要查阅《光谱实验室》, 请点击“化学/晶体学类”, 出现期刊的“图形方式”(即期刊的封面)后, 在第1页的第3排左起第2图即为《光谱实验室》。点击《光谱实验室》即可查阅有关内容。
- 目前, 《光谱实验室》是中国期刊网(中国知网 cnki.net)独家网上出版期刊, 因而在其他网站上将有可能查不到本刊内容。