

ICP-AES 测定海绵镉中的镉和锌

邓 明 宣^①

(四川省会东铅锌矿检测中心西昌质检部 四川省西昌市西乡乡 615205)

摘 要 介绍了 ICP-AES 加标回收和校准曲线法测定海绵镉中 Cd(30%—70%) 锌(10%—30%), 线性相关系数 0.9999—0.99997, 加标回收率 94.08%—99.59% 之间, RSD 在 0.12%—1.13% 之间。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法; 海绵镉; 镉; 锌

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2009)04-0848-03

1 前言

湿法炼锌工艺中铜镉渣的初级产品海绵镉需要检测镉、锌含量。某企业标准中用极谱法测定镉, 络合滴定法测定锌镉含量减除镉量即得锌量, 但在铜、镉、锌的共存时终点不敏锐, 常常过量消耗 EDTA, 造成锌量偏高。本人试用极谱法同时测定锌、镉, 但重现性差。原子吸收法因锌、镉^[1] 含量高重现性不佳。利用 ICP-AES 线性分析范围宽, 在高浓度(一般元素数百 $\mu\text{g/mL}$ 溶液质量浓度) 范围内, 校准曲线仍能保持直线^[2]; 同时测定多元素能力强, 美国热电公司的 ICP6300 机型, 可在 30s 完成 30—40 种元素的测定, 因此介绍 ICP-AES 测定海绵镉中镉和锌的方法。

2 试验部分

2.1 试剂与仪器

盐酸(ρ 1.19g/mL, GR);

硝酸(ρ 1.48g/mL, GR);

镉标准溶液(1mg/mL): 称取 0.5000g 金属镉($\geq 99.99\%$) 置于 100mL 烧杯中, 加入 15mL 硝酸, 盖上表面皿, 加热至完全溶解, 煮沸移入 500mL 容量瓶中, 用超纯水稀释至刻度, 摇匀。

锌标准溶液(1mg/mL): 称取 0.5000g 金属锌($\geq 99.99\%$) 置于 100mL 烧杯中, 加入 15mL 盐酸, 盖上表面皿, 加热至完全溶解, 移入 500mL 容量瓶中, 用超纯水稀释至刻度, 摇匀。实验用水为超纯去离子水。

美国 Thermo Electron 公司 ICP6300 等离子发射光谱仪。

2.2 标准溶液配制

分别取(1mg/mL) 镉标准溶液 0.00、5.00、10.00、20.00mL; (1mg/mL) 锌标准溶液 10.00、5.00、2.00、0.00mL 置于 50mL 的容量瓶中, 加入 2.0mL 盐酸, 用超纯水稀释至刻度, 摇匀, 配制成镉 0.00、100、200、400($\mu\text{g/mL}$)、锌 200、100、40、0($\mu\text{g/mL}$) 混合标准系列。

① 联系人, 电话: (0834) 2595404(办); (0834) 8600486(宅); 手机: (0) 13881568640; E-mail: dengmx1968@163.com

作者简介: 邓明宣(1968—), 男, 四川省宜宾县人, 工程师, 主要从事工业化学分析工作。

收稿日期: 2008-12-12; 接受日期: 2009-02-03

2.3 试验方法

2.3.1 试料

将海绵镉样品混匀, 过 0.100mm 筛孔, 预先于 105℃ 烘干 1h 并于干燥器中冷却至室温。

2.3.2 分析步骤

在电子天平上称取 0.1000g 海绵镉样品于 200mL 烧杯中, 加入 15mL 盐酸, 加热煮沸约 10min, 加入 5mL 硝酸溶解样品, 加热至近干, 取下冷却, 加入 10mL 盐酸, 用适量水冲洗杯壁, 加热煮沸溶解盐类, 取下冷却, 稀释至 250mL 容量瓶中, 用超纯水洗净烧杯并稀释至刻度, 摇匀, 澄清待用。同时作空白试验。

2.4 仪器条件

ICP-AES 测定最佳条件^[3]: RF 发生器功率 1150W, 辅助气流量 0.5L/min, 冷却气流量 14L/min, 载气流量 0.62L/min, 雾室压力 25Pa, 泵速 50r/min, 垂直观察高度 12mm。最佳分析条件参数为: 曝光时间长波 10s、短波 7s、样品冲洗时间为 20s, 测定元素波长 Cd 326.1nm(级数 103)、Zn 334.5nm(级数 101)。

2.5 注意事项

标准溶液中酸含量与试样溶液中酸含量要匹配, 两种溶液黏度、表面张力和密度大致相同; 使用仪器分析高含量的海绵镉中镉、锌后应及时清洗, 防止微量分析镉、锌元素造成污染。

3 结果与讨论

3.1 校准曲线

相关系数大于 0.9999。

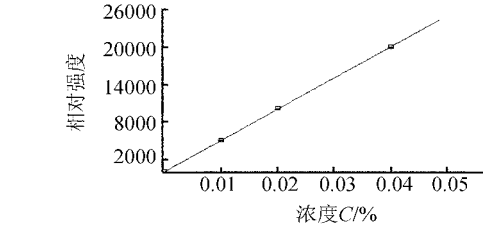


图 1 Cd 校准曲线

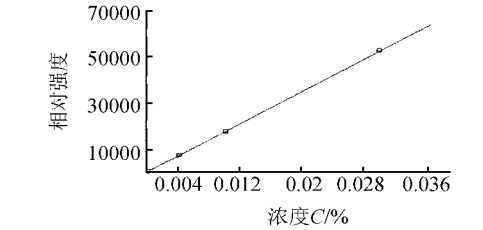


图 2 Zn 的校准曲线

对于 Cd 326.106 (103) 和 Zn 334.502(101) 的元素参数和校准曲线, 见图 1、图 2。

3.2 对比实验

ICP-AES 加标回收和校准曲线法与极谱法、原子吸收法见表 1。

表 1 ICP-AES 加标回收和校准曲线法与极谱法、AAS 法测定结果比较 (%)

样品编号	极谱法		原子吸收法		ICP-AES 法							
					标准加入法				校准曲线法			
	Zn	Cd	Zn	Cd	Zn	RSD	Cd	RSD	Zn	RSD	Cd	RSD
镉渣 1197#	23.36	38.58	24.30	36.06	24.97	0.2581	38.07	0.1615	24.67	0.6886	38.28	0.5762
	21.64	35.75	23.24	34.25	24.78	0.2836	37.95	0.3854	24.65	0.2564	38.06	0.3425
	22.15	36.76	23.67	35.03	24.63	0.5634	38.10	0.3254	24.74	0.3682	37.59	0.5621
镉渣 1217#	15.80	45.09	15.78	41.12	16.52	0.7457	47.91	1.1308	16.46	0.4644	47.39	1.0110
	15.70	44.80	13.54	42.37	16.32	0.3512	47.65	0.3641	16.59	0.2566	47.57	0.7103
	16.95	43.21	15.99	41.01	16.35	0.3255	47.39	0.6001	16.54	0.2355	47.56	0.2213
镉渣 1227#	15.34	51.90	16.38	43.70	17.54	0.4041	49.47	0.3353	17.74	0.3808	50.53	0.2304
	16.30	50.78	16.40	43.85	17.66	0.6812	49.60	0.5196	17.72	0.6512	50.05	0.6802
	14.02	48.53	14.37	42.54	17.35	0.1202	49.69	0.8725	17.62	0.2645	50.03	0.3512

3.3 样品加标回收实验结果

见表 2。

表 2 加标回收实验结果

样品名称	元素	加标量(ppm)	测得量(ppm)	测得总量(ppm)	回收率(%)
镉渣 1197#	Cd	40.00	154.65	192.28	94.08
	Zn	20.00	99.67	118.96	96.45
镉渣 1217#	Cd	40.00	194.86	234.70	99.59
	Zn	20.00	67.68	87.13	97.26
镉渣 1227#	Cd	40.00	204.54	242.25	94.28
	Zn	20.00	71.81	91.00	95.44

3.4 注意事项

标准溶液中酸含量与试样溶液中酸含量要匹配,两种溶液黏度、表面张力和密度大致相同;使用仪器分析高含量的海绵镉中镉、锌后应该及时清洗仪器,防止对分析低含量镉、锌元素造成污染;要考虑不同元素的标准溶液的使用有效期。

4 结论

以上分析结果可以看出,ICP-AES 直接测定海绵镉中镉、锌主含量结果满意,具有比传统的滴定法、极谱法和原子吸收分析方法简单、快速、环保、精密度好和准确度高的优势。

参考文献

[1] 中华人民共和国标准. 锌精矿化学分析方法镉量的测定[S]. GB/T 8151. 8-2000. 北京: 中国标准出版社, 2000.
[2] 张万祥. 现代有色冶金分析、测试新工艺新技术适用手册[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2007.
[3] 中华人民共和国标准. 锌及锌合金化学分析方法铅、镉、铁、铜、锡、铝砷、锑、镁的测定, 电感耦合等离子体-发射光谱法[S]. GB/T 12689. 12-2004. 北京: 中国标准出版社, 2004.

Determination of Cadmium and Zinc in Sponge-Cadmium by ICP-AES

DENG Ming-Xuan

(Huidong Lead-Zinc Mine, Huidong County, Xichang, Sichuan 615205, P. R. China)

Abstract The amounts of Cadmium(30% —70%) and Zinc (10% —30%) in Sponge-cadmium were determined by ICP-AES with standard addition and standard working curve methods. The linear correlative coefficient is in the range from 0. 99999 to 0. 99997, recoveries are in the range of 94. 08% —99. 59% with RSD of 0. 12% —1. 13% .

Key words ICP-AES; Sponge-Cadmium; Cadmium; Zinc

本刊可上网查阅

由于本刊在 2001—2009 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