

ICP-AES 测定铜精矿中的铜含量

李海涛 徐熠^① 汤兆星 赵林同 焦立为

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

摘要 试样经湿法消解后,采用 ICP-AES 测定铜精矿中的铜含量。按本方法所测铜精矿标准物质 (YT9104),其测定结果的相对标准偏差 RSD 为 0.329%。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法,铜精矿,湿法,铜。

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1004-8138(2008)05-0858-03

1 前言

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%^[1]。快速准确地测定铜精矿中的铜含量,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,测定铜精矿中的铜含量主要分析方法可采用化学法、原子吸收光谱法和电感耦合等离子体-原子发射光谱法等。但由于铜精矿中基体成分较为复杂,需分析的元素较多。常规化学法通常采用碘量法,它存在试样前处理相对烦琐,速度慢并且测试过程中需用溴等有毒试剂,对环境造成污染等弱点;原子吸收光谱法存在只能测定单元素,且线性范围窄的缺点;而本方法采用 ICP-AES 经湿法消解溶样,定容后即可上机测定,同时可测定其他所需的多种元素;所测铜精矿标准物质 (YT9104),结果与推荐值相对比,误差在允许的范围内,其测定结果的 RSD 为 0.329%;检出限为 0.05%;线性回归方程: $C = 9.031 \times I - 0.8592$, 相关系数 r 为 0.99993。

2 实验部分

2.1 仪器及工作条件

ICPQ-1000 型光谱计(日本岛津公司),入射功率 1.2kW,反射功率 < 5W;冷却气流量 11L/min,辅助气流量 1.2L/min,载气流量 1.0L/min;观察高度:负载线圈上 15mm;积分时间 20s,玻璃气动雾化器及双筒雾室;光栅刻线 1920 条/mm^[2]。

2.2 试剂与标准溶液

铜的标准工作溶液由 1000 μ g/mL 国标母液逐级稀释配制,见表 1。

① 联系人,电话:(0991)3835921;E-mail:xiaoyi6829@126.com

作者简介:徐熠(1982—),女,甘肃省民勤县人,助理实验师,主要从事等离子体原子发射光谱、红外光谱及常规分析。

收稿日期:2008-03-11;接受日期:2008-04-07

表 1 国家标准溶液 Cu 信息表(国家钢铁材料测试中心钢铁研究院)

元素	编号	浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)	介质
Cu	GSBG 62024-90(2902)	1000	10% HCl

表 2 列出了所测 Cu 元素的波长及检测范围。

表 2 Cu 元素、波长及检测范围

元素	波长(nm)	检测范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)
Cu	324.75	0.006—800

试剂为氢氟酸(分析纯)、盐酸(分析纯)、硝酸(分析纯)、高氯酸(分析纯)、实验用水为二次去离子水,铜精矿标准物质(YT9104)。

2.3 样品溶液的制备

(1) 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,烘干后放入装有硅胶的干燥器中保存,冷却至室温后进行称量。

(2) 准确称试样或标样 $0.10\text{g}(\pm 0.0002\text{g})$ 于30mL聚四氟乙烯坩埚中,加入15mL氢氟酸、5mL硝酸、1mL高氯酸,于 200°C 电热板上加热,蒸至高氯酸近干时,取下,放冷,加王水(1+1)10mL,继续放置在电热板上加热溶清,冷却后再转移到100mL的容量瓶中,定容后待测。

(3) 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。再用去离子水代替试样,采用和(2)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2个以上的空白溶液。

3 结果与讨论

3.1 GB/T 3884.1-2000 铜精矿中铜含量测定^[3]

实验步骤较烦琐,一次实验往往需一天时间;方法1(长碘量法)的测定需要将铜沉淀分离,铜沉淀物经分解后,采用容量法测定,滤液采用原子吸收法测定,将两次结果相加后得到样品中铜的最终含量。方法2(短碘量法)中由于溴的用量很大(约5mL),使得样品处理过程所需的时间更长。两种方法在实验过程中都不可避免地用到了溴等有毒试剂,对人体易造成危害,并对环境造成污染。

本方法采用在聚四氟乙烯坩埚中用适量的氢氟酸、硝酸和高氯酸,于 200°C 电热板上加热湿法消解试样。先加入氢氟酸使试样中的硅以四氟化硅形式蒸发掉,然后,用适量的浓硝酸和高氯酸消解,待高氯酸蒸干后,用(1+1)的王水浸提完全清亮后转移至容量瓶中定容后即可上机测定;测定范围:0.05%—50%铜量。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。

短碘量法测定结果见表3,本方法测定结果见表4。

表 3 短碘量法所得铜精矿标准物质中 Cu 结果

样品名称	Cu 推荐值(%)	1	2	3	4	5	6	\bar{x}	RSD(%)
铜精矿标准物质(YT9104)	16.69	16.60	16.77	16.72	16.65	16.72	16.72	16.70	0.365

表 4 ICP-AES 法所得铜精矿标准物质中 Cu 结果

样品名称	Cu 推荐值(%)	1	2	3	4	5	6	\bar{x}	RSD(%)
铜精矿标准物质(YT9104)	16.69	16.7	16.6	16.6	16.6	16.7	16.7	16.6	0.329

4 结论

本方法采用ICP-AES,称样量仅需0.1g,经湿法消解溶样后定容,即可上机测定。经常规碘量法与ICP-AES的对比实验: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 Cu 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] 李海涛,焦立为,阿力甫·阿布都. ICP-AES 法测定大豆粉中钙、铁和锌的含量[J]. 光谱实验室,2006,23(5): 959—961.
 [3] 中华人民共和国国家标准. 铜精矿化学分析方法 铜量的测定[S]. GB/T 3884. 1-2000. 北京:中国标准出版社,2004. 93—99.

Determination of Cu in Copper Concentrate by ICP-AES

LI Hai-Tao XU Yi TANG Zhao-Xing ZHAO Lin-Tong JIAO Li-Wei

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

Abstract The copper concentrate samples were treated wetly, and the amount of Cu were determined by ICP-AES. The concent of Cu in the copper concentrate standard sample(YT9104) is measured by this method. The RSD is 0.329%.

Key words ICP-AES, Copper Concentrate, Wet Process, Cu.

封四：“保质、高效——《光谱实验室》主要特色”的附件2

冒牌商品与“挂名主编”

提起冒牌货,人们都深恶痛绝。所谓冒牌货,金玉其外,败絮其中是也。随着商品经济的发展,冒牌“家族”不断发展壮大,其子孙们在物质领域里异常活跃,在精神领域里也不甘落后。

主编者,无疑是一本书的总设计师,他的职责应是:(1)对全书的主导思想、体系、结构,乃至主要观点提出自己的总体设想;(2)对作者队伍进行筛选;(3)负责该书的统稿、修改,进行最后把关;等等。舍此之外的“生编”们,恐怕其中的多数不过是“挂名主编”而已!

“挂名主编”有这样两种主要表现形式:

其一,请名人当主编。

因自己的知名度不够,为了提高大作的身价,也借以提高自己,把某某名人捧到主编的位置上,自己作为副主编出现。一些知名人士对此也心安理得,既可以借别人的成果出风头,又可得到一笔相当可观的稿酬^①,高兴了看看稿子,不高兴点头应允就是了。不费吹灰之力,何乐而不为?这种形式的“挂名”称之为互相利用。

其二,请某领导作主编。

近两年来,图书市场不景气,学术著作订数暴跌,一些穷秀才们既无权,又无钱,想出书比登天还难。俗话说:车到山前必有路。秀才们想到近年来时髦起来的“挂靠”,就来个“挂靠”试试吧。请某某书记、某某局长来当主编,既可得到一大笔科研经费,又可以通过领导机关发个文,解决发行困难,可谓一箭双雕。一些领导也可借此往自己脸上贴贴金,以示自己尊重知识、学识渊博。这种“挂名”可称权力与知识的等价交换。

“挂名主编”名目繁多,花样不断翻新,但总归是冒牌货。在下斗胆说一句:这是文化界的一种不正之风!希望出版界同仁给予高度重视,也希望那些“挂名主编”们自重。

(原载1990年2月21日《新闻出版报》,作者:隋新,本刊有删节)

①最高人民法院和最高人民检察院2007年7月8日发布《意见》指出:“挂名”领取薪酬,视为受贿。——本刊注。

本刊主编点评:由此看来,历史上的司马迁真有点“迂腐”而不太识“时务”。“史记”若主动请刘彻(汉武帝)任主编,自己任副主编,撑实权,这样既可以提高“史记”的身价,自己又可免遭许多麻烦(如宫刑),还可轻松得到一大笔经费。另一方面看来,似乎刘彻这个封建皇帝也还有一点自知之明:他没有凭借自己的崇高皇权,暗示司马迁,应当将“史记”的“主编”头衔让给自己,以显示“皇上”学识渊博,尊重知识,尊重人才。