

文章编号: 1003-7837(2001)01-0071-04

等离子体原子发射光谱法 间接测定铁红中微量硫酸根的研究

徐立

(广州有色金属研究院分析检测研究中心, 广东 广州 510651)

摘要: 用一定量的 Ba^{2+} 将铁红(Fe_2O_3)中的 SO_4^{2-} 以 BaSO_4 形式分离, 然后用等离子体光谱法测定余量的 Ba^{2+} , 从而间接测得 SO_4^{2-} 的含量. 该法操作简便、检测快速, 相对标准偏差小于 9.0% ($n=5$), 加料回收率 93.0%~99.3%.

关键词: ICP 光谱法; 铁红; SO_4^{2-} ; Ba^{2+}

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A

利用原子吸收光谱间接测定阴离子的报导很多, 而等离子体原子发射光谱法(ICP 光谱法)间接测定方法的研究在 80 年代才受到人们的关注及应用^[1].

测定低含量 SO_4^{2-} 的常规方法是 BaSO_4 比浊法^[2], 但铁红试样溶液本身有颜色, 加之 SO_4^{2-} 含量为微量级, 用常规比浊法测定灵敏度不能满足分析精度的要求, 另外又容易带来人为误差, 所以不能在实际中应用. 考虑到 Ba^{2+} 沉淀 SO_4^{2-} 完全, 损失少^[3], ICP 光谱法测定 Ba^{2+} 比较灵敏^[3], 故本文研究以 Ba^{2+} 溶液将样品中的 SO_4^{2-} 沉淀, 经陈化, 用 ICP 光谱法测定澄清液中余量 Ba^{2+} , 从而间接测得 SO_4^{2-} 含量.

1 试验部分

1.1 仪器和试剂

JY-390 型顺序扫描等离子光谱仪, ICP 光源: ICP-RD₂ 高频等离子光源(北京师大), ICP 炬管: 三同心石英管, 雾化器: LB 型玻璃气动雾化器(广西冶金研究所).

钡标准液: 用碳酸钡(光谱纯)配制. SO_4^{2-} 标准液: 用优级纯 Na_2SO_4 配制. 硝酸、盐酸为分析纯. 所有液体试剂用二次离子交换水配制.

1.2 试样制备

称取铁红样品 1.0000 g 置于 100 mL 烧杯中, 水润湿, 加入 6 mol/L 盐酸 15 mL, 低温加热溶解, 并蒸至近干, 冷却. 加入 6 mol/L 盐酸 1.5 mL, 水洗杯壁, 加热溶解, 准确滴加 25 $\mu\text{g}/$

收稿日期: 2000-07-05

作者简介: 徐立(1968-), 男, 湖南望城人, 工程师, 理学学士.

mL 钡标准液 20.00 mL, 并不断搅拌, 使之沉淀完全. 在约 80℃ 下保温 5 min, 取下烧杯冷却, 然后移入 50 mL 容量瓶, 定容, 陈化 4 h 或隔夜. 制备样品的同时, 做空白试验.

1.3 测试

过滤或吸取清液, 用 ICP 光谱仪测定 Ba^{2+} , 间接求出 SO_4^{2-} 含量. 计算公式:

$$w_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{0.6996 \times 10^{-6} \times (\rho_0 - \rho_{\text{Ba}^{2+}}) \times 50}{m} \times 100\%$$

式中: ρ_0 ——测得空白溶液中 Ba^{2+} 的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$; $\rho_{\text{Ba}^{2+}}$ ——ICP 光谱法测得 Ba^{2+} 的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$; m ——样品质量, g; 0.6996—— Ba^{2+} 换算成 SO_4^{2-} 的系数.

2 试验条件的选择

2.1 酸的浓度

按照试样制备方法制备样品, 沉淀时加入不同量的盐酸. 结果表明, 盐酸浓度在 0.10~0.30 mol/L 范围内 SO_4^{2-} 沉淀完全, 回收率为 92.5%~99.0%. 试验选择 0.18 mol/L 盐酸.

2.2 陈化时间对沉淀的影响

选用 0.18 mol/L 盐酸, 研究陈化时间对沉淀的影响. 试验结果表明, 陈化时间为 2~20 h, 对沉淀无影响. 实际分析选择陈化时间 4 h 或隔夜.

2.3 光谱测定条件的选择

2.3.1 分析线的选择

Ba 的灵敏线有 455.4 nm, 233.5 nm 及 263.5 nm, 其中 455.4 nm 最为灵敏^[3]. 考虑试样杂质少, 灵敏度要求高, 故采用 455.4 nm 作为分析线.

2.3.2 电参数的选择

试验数据列于表 1. 考虑到电流大小对 ICP 仪器的承受力及稳定性的影响, 以及 Ba 的光强已足够高, 故选择 B 条件.

2.3.3 载气压力的选择

载气压力与光强关系的试验结果见图 1. 从图 1 可见, 载气压力为 0.13, 0.14 MPa 时, 光强出现峰值, 故试验选择载气压力为 0.14 MPa.

2.3.4 火焰高度的选择

火焰高度试验结果示于图 2. 考虑到火焰高度在 7 mm 处光强已足够灵敏, 同时当仪器共用时, 测定其它元素通常定在此焰高处, 故选择观察高度为线圈上方 7 mm.

3 试验结果与讨论

3.1 共存元素的影响

在上述试验条件下, 试验了铁红中共存元素对测定 SO_4^{2-} 的影响. 试样中主体元素是 Fe, 经试验测得, 100 $\mu\text{g/mL}$ Fe 标准液在 455.4 nm 处引起的光强变化只相当于 0.00085 $\mu\text{g/mL}$ 的 Ba^{2+} , 故对 Ba^{2+} 的光谱测定无明显影响^[4]. 试样中其它共存元素 Ca, Mg, Al, K, Mn 等含量极微, 经试验对测定 Ba^{2+} 无影响.

表 1 电参数

Table 1 Electrical parameters

编号	栅流/A	板压/kV	板流/mA	光强值
A	0.70	2.9	0.12	39421
B	0.75	3.0	0.13	56033
C	0.81	3.3	0.14	66491
D	0.86	3.5	0.15	67566

注: Ba 含量 1.0 $\mu\text{g/mL}$

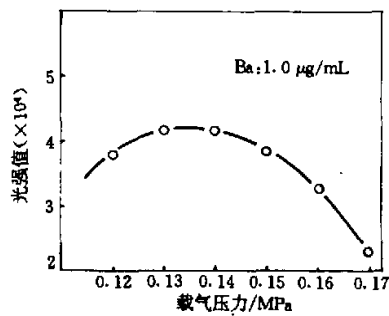


图 1 载气压力对光强的影响
Fig. 1 Effect of carrier gas pressure on light intensity

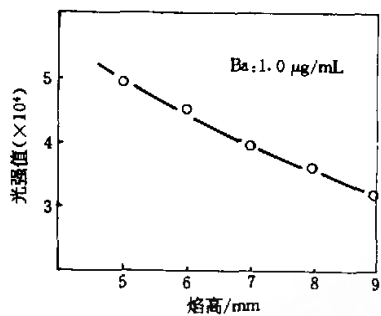


图 2 观测高度曲线
Fig. 2 Observing height curve

3.2 方法的精密度

对实际样品进行分析测定,结果见表 2.从表 2 可见,所得相对标准偏差小于 9.0%.

表 2 样品测定结果
Table 2 Determination results of the samples

样品	测定 $w_{\text{SO}_4^{2-}}/\%$	$w_{\text{SO}_4^{2-}}$ 平均值/ $\%$	标准偏差/ $\%$	相对标准偏差/ $\%$
宝钢正品铁红	0.014 0.015 0.016 0.014 0.013	0.014	0.0012	8.8
TPM-5H-60t	0.038 0.036 0.040 0.038 0.035	0.037	0.0020	5.4

3.3 方法的准确度

在上述两个试样中进行加料回收试验,结果见表 3.回收率为 93.0%~99.3%.

表 3 加料回收试验结果
Table 3 Results of addition recovery test

SO_4^{2-} 加入量/ μg	测得 SO_4^{2-} 量/ μg	回收率/ $\%$
100	94	94.0
150	149	99.3
200	186	93.0

4 结 论

(1)用 Ba^{2+} 将铁红中的 SO_4^{2-} 以 BaSO_4 形式分离,然后采用 ICP 光谱法测定余量的 Ba^{2+} ,从而间接测定铁红中的微量 SO_4^{2-} ,化学干扰和光谱干扰均很小.

(2)本方法操作简便,分析快捷,结果稳定,相对标准偏差小于 9.0%,加料回收率为 93.0%~99.3%,可满足测定包头铁红试样中 SO_4^{2-} 含量的要求.

参考文献:

[1] 孙广义. 原子吸收法间接测定废水中的硫酸根[J]. 冶金分析, 1987, 7(3): 62.
[2] 化学工业部化学试剂质量监测中心等编著. 化学试剂标准大全[M]. 北京: 化学工业出版社, 1996. 62.
[3] M 汤普森, J N 沃尔升. ICP 光谱分析指南[M]. 符斌, 殷欣平译. 北京: 冶金工业出版社, 1991. 103.
[4] 陈成坤. 电感耦合等离子体光谱法原理和应用[M]. 天津: 南开大学出版社, 1987. 232.

Indirect determination of micro SO_4^{2-} in iron oxide red using inductive coupling plasma atomic emission spectrometry

XU Li

*(Analysis and Testing Research Center, Guangzhou Research
Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)*

Abstract: In this paper, a method is proposed in which a certain amount of Ba^{2+} is added into a iron oxide red (Fe_2O_3) solution so that SO_4^{2-} in it is separated in the form of BaSO_4 , the extra Ba^{2+} in the solution is then determined by ICP-AES, thus the content of SO_4^{2-} is indirectly determined. The method is simple in operation, fast in detecting, with the relative standard deviation less than 9.0% ($n=5$) and the addition recovery of 93.0%~99.3%.

Key words: ICP-spectrometry; iron oxide red; SO_4^{2-} ; Ba^{2+}