

ICP-AES 法测定锌矿石中多种金属元素

ICP-096

摘要：采用混合酸（硝酸－盐酸－氢氟酸－高氯酸）敞开消解方法前处理锌矿石样品，ICP-AES 法测定了锌矿石 GBW07237 标准物质中的多种金属元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好， $r>0.9994$ 可同时测定锌矿石中的多种金属元素，该方法检出限低，精密度高， $RSD<2\%$ ，分析结果与标准值相吻合。

关键词：地质锌矿石金属元素

铅锌矿石作为一种轻金属，其强度小，但铅锌矿石合金是好的轻型结构材料，广泛用于航空、航天、汽车和仪表等工业部门。铅锌矿石合金的特点可满足于航空航天等高科技领域对轻质材料吸噪、减振、防辐射的要

求，大大改善了飞行器的气体动力学性能，减轻了结构件的质量。准确、快速地测定锌矿石中杂质元素的含量，对锌产品各工序工艺参数的控制，法研究测定了锌矿石 GBW07237 标准物质中的多种金属元素的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料和玻璃材质，用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 、HF 和 HCl 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.1000 g 样品，在 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中加入少量水润湿，加入 3 mL 盐酸和 2 mL 硝酸，加盖置

于电热板上，于 110℃ 分解 2 h，取下后加入 3 mL 氢氟酸和 1 mL 高氯酸。加盖在电热板上，断电余热保温，过夜。将电热板升温至 130℃，继续分解样品 2 h。揭盖升温至 150℃ 赶酸至冒高氯酸烟，样品呈湿盐状时加入 5% 王水 1 mL，继续赶酸。反复 3 次。待高氯酸烟冒尽，取下，在坩埚中加入浓盐酸 5.0 mL，在电热板上复溶 15 min，补充浓硝酸 1.5 mL，用水稀释至 20 mL 体积左右。断电，在电热板上冷却至室温，定容到 25 mL。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向/纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用 20% 王水溶液配制 Al、Ca、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Na、Pb、S、Ti 和 Zn 的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	波长(nm)	标准曲线浓度(mg/L)						
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Al*	396.153	0	2	--	10	50	200	--
Ca*	315.887	0	2	--	10	50	--	200
Cu	224.700	0	2	--	10	50	--	--
Fe*	259.940	0	2	--	20	--	100	--
K*	769.896	0	--	--	5	25	50	--
Mg*	280.270	0	1	--	5	25	--	--
Mn	257.610	0	1	2	10	50	--	--
Na*	589.592	0	1	--	5	25	--	--
Pb	220.353	0	2	--	10	50	--	--
S*	182.037	0	--	--	10	50	180	--
Ti	334.941	0	0.5	1	5	25	--	--
Zn*	202.548	0	2	--	10	50	--	200

注：* 纵向观测

2.2 部分元素标准曲线如下：

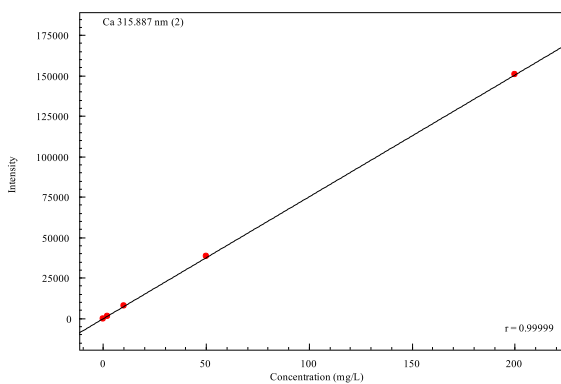


图 1 Ca 元素的标准曲线

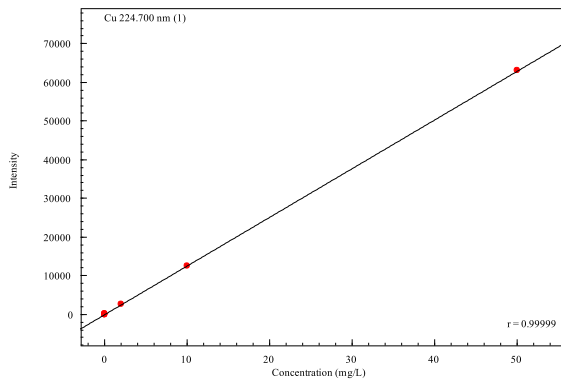


图 2 Cu 元素的标准曲线

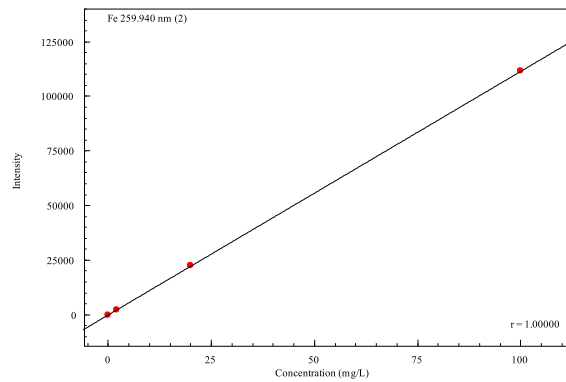


图 3 Fe 元素的标准曲线

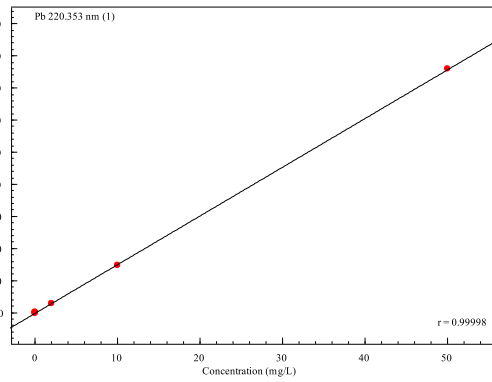


图 4 Pb 元素的标准曲线

2.3 部分元素谱线轮廓图

Al 396.153 Best
条件2

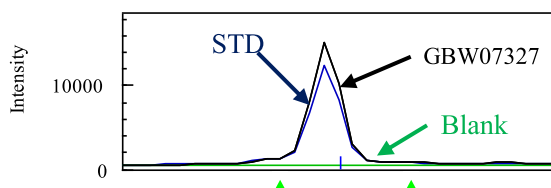


图 5 Al 元素的谱线轮廓图

Cu 224.700 Best
条件1

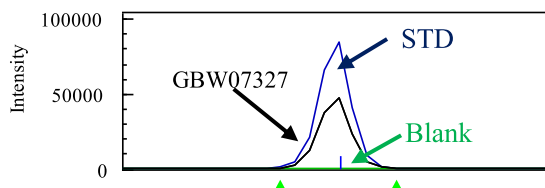


图 6 Cu 元素的谱线轮廓图

Mg 280.270 Best
条件2

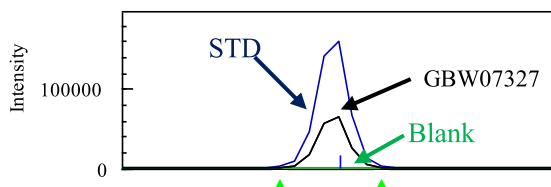


图 7 Mg 元素的谱线轮廓图

Mn 257.610 Best
条件1

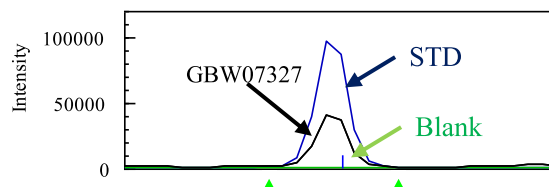


图 8 Mn 元素的谱线轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量锌矿石中多金属元素的含量。对样品空白的分析元素进行 10 次测定，软件中设置 [显示定量下限]，标准曲线自动计算各元素的检出限 (3σ)。实验结果见表 3。

表 3 锌矿石 GBW07237 样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/L)	GBW07237 标准值	测定结果	单位	RSD (%)
Al ₂ O ₃	0.01	2.80± 0.09	2.85	%	0.52
CaO	0.003	1.91± 0.09	1.97	%	0.14
Cu	0.006	0.71± 0.02	0.70	%	1.02
Fe ₂ O ₃	0.004	3.50± 0.14	3.50	%	0.22
K ₂ O	0.04	0.99± 0.03	1.01	%	1.64
MgO	0.001	0.082± 0.011	0.076	%	0.14
MnO	0.001	0.026± 0.004	0.025	%	1.10
Na ₂ O	0.08	0.56± 0.02	0.55	%	0.54
Pb	0.01	0.25± 0.01	0.25	%	0.81
S	0.01	2.87± 0.09	2.95	%	0.29
TiO ₂	0.001	0.017± 0.004	0.013	%	0.41
Zn	0.008	2.75± 0.09	2.72	%	0.16

结论

采用混合酸（硝酸 - 盐酸 - 氢氟酸 - 高氯酸）敞开消解方法前处理锌矿石标准样品，ICP-AES 法测定了锌矿石 GBW07237 标准物质中的多种金属元素的含量。该方法检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合，适用于地质样品锌矿石中多种金属元素的定量分析。

 岛津全球应用技术开发支持中心