

ICP-AES 法测定铅矿石中多种金属元素

ICP-097

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铅矿石样品，ICP-AES 法测定了铅矿石 GBW07236 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， $r>0.9994$ ，可同时测定铅矿石中的多种金属元素，该方法检出限低，精密度高， $RSD<4\%$ ，分析结果与标准值相吻合。

关键词：地质 铅矿石 金属元素

铅矿是金属矿产资源之一。铅最大的消费领域是铅酸蓄电池，主要用于汽车工业，其消费量占铅总消费量的 60%；此外，还用于弹药、铅管、铅片、合金、电缆包皮以及颜料、化工制品等。铅是人类从铅锌矿石中提炼出来的较早的金属之一。此外，铅金属在核工业、

石油工业等部门也有较多的用途。准确、快速地测定铅矿中杂质元素的含量，对铅产品的质量指标和技术经济指标都起着至关重要的作用。本文使用 ICP-AES 法研究测定了铅矿石 GBW07236 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 、 $HClO_4$ 和 HCl 试剂为优级纯试剂，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 2h，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。Ca、Mg、K 稀释 5 倍后测定。

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

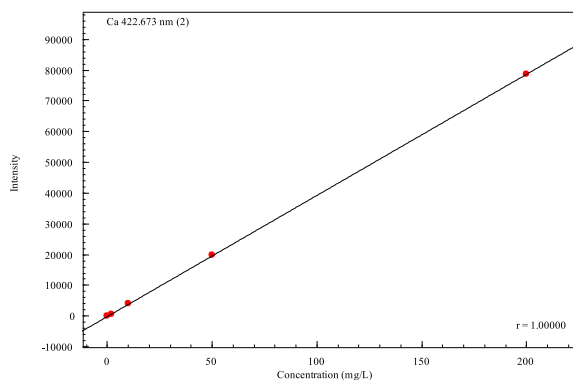
使用 20% 王水溶液配制 Al、Ca、Cu、K、Mg、Mn、Na、Pb、S、Ti 和 Zn 的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

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*	422.673	0	2	--	10	50	--	200
Cu*	324.754	0	2	--	10	50	--	--
K*	766.490	0	--	--	5	25	50	--
Mg*	285.213	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	--	--	--

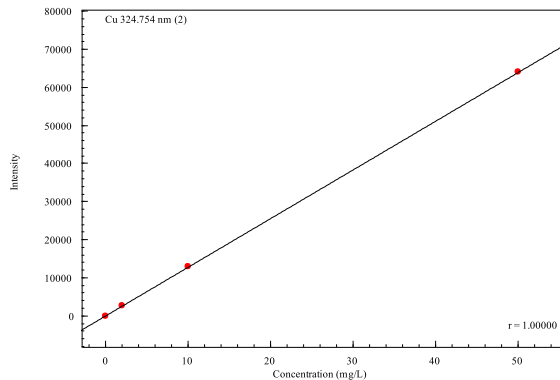
注：* 纵向观测

2.2 部分元素标准曲线如下：



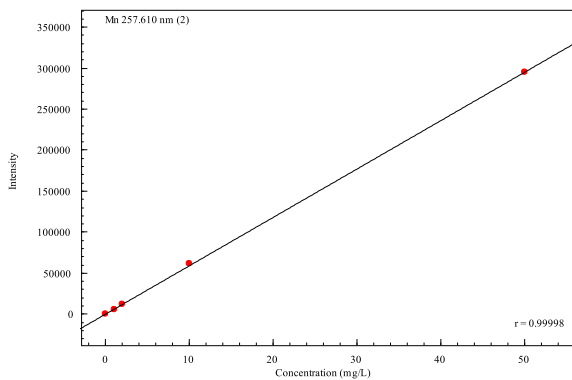
计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0025385 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0232244 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0213547 定量下限(10σ) = 0.0711824

图 1 Ca 元素的标准曲线



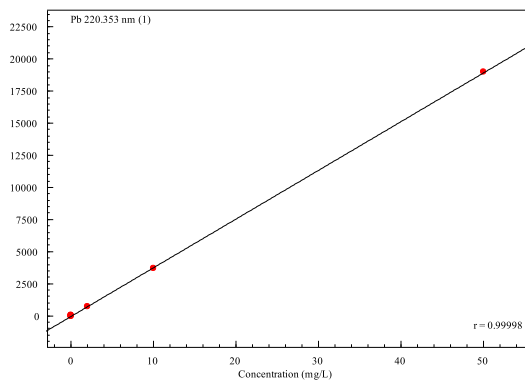
计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 7.823122e-004 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0986432 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0082453 定量下限(10σ) = 0.0274845

图 2 Cu 元素的标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 1.694871e-004 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.1231166 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0013284 定量下限(10σ) = 0.0044281

图 3 Mn 元素的标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0026355 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 0.0320537 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0144688 定量下限(10σ) = 0.0482292

图 4 Pb 元素的标准曲线

2.3 部分元素谱线轮廓

Cu 324.754 Best
条件2

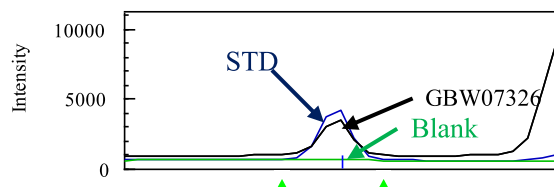


图 5 Cu 元素的谱线轮廓图

Ti 334.941 Best
条件2

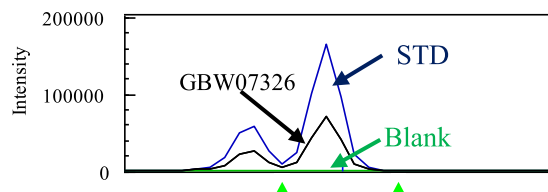


图 6 Ti 元素的谱线轮廓图

Mg 285.213 Best
条件2

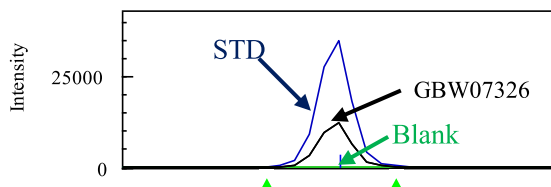


图 7 Mg 元素的谱线轮廓图

Mn 257.610
条件2

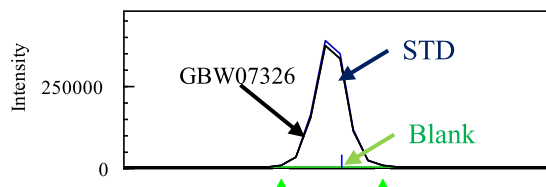


图 8 Mn 元素的谱线轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量铅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 铅矿石 GBW07236 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	0.04	8.95 ± 0.22	8.98	%	0.62
CaO	0.02	34.56 ± 0.34	34.90	%	0.98
Cu	0.008	0.035 ± 0.002	0.034	%	0.58
K ₂ O	1.42	0.82 ± 0.05	0.84	%	1.02
MgO	0.002	2.06 ± 0.05	2.10	%	0.56
Mn	0.001	1.18 ± 0.05	1.19	%	0.56
Na ₂ O	0.03	0.066 ± 0.008	0.072	%	3.95
Pb	0.02	0.61 ± 0.03	0.62	%	1.83
S	0.03	0.38 ± 0.02	0.37	%	1.21
TiO ₂	0.001	0.44 ± 0.02	0.44	%	0.64
Zn	0.01	0.092 ± 0.007	0.093	%	0.20

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铅矿石标准样品，ICP-AES 法测定了铅矿石 GBW07236 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，适用于地质样品铅矿石中多种金属元素的定量分析。