

ICPE-9820 测定混合铅锌矿中多元素含量

ICP-162

摘要：本文参考《SN/T 5266-2020 混合铅锌矿中铜、铁、砷、锌、镉、汞和银含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）建立了测定铅锌矿中铜、铁、砷、锌、镉、汞和银含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好（ $r > 0.9996$ ），测定结果准确，加标回收率在 99~102.2% 之间，重复性良好（ $RSD < 1.34\%$ ， $n=3$ ），适用于铅锌矿中多元素含量的测定。

关键词：ICPE-9820 元素分析 铅锌矿

铅锌矿是指富含金属元素铅和锌的矿产。铅锌被广泛应用于电气工业、机械工业、军事工业、冶金工业、化学工业、轻工业和医药业等领域。此外，铅金属在核工业、石油工业等部门也有较多的用途。

铅锌矿石作为铅锌冶炼的重要基础原料，无论是在地质勘探，矿石开发选择，还是后续的炉料成分的控制，常需要对铅锌矿石中各元素的含量进行分析。

电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）具有测定线性范围宽、精密度高、运行成本低等优点，是元素分析的有力工具。

本文使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对铅锌矿中的铜、铁、砷、锌、镉、汞和银进行测定，并进行方法学考察。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同轴雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

使用研钵将小块铅锌矿石样品研磨成粉末，称重前置于烘箱 105°C~110°C 中干燥 2 h。准确称取 0.1 g（精确到 0.1 mg）铅锌矿粉于消解罐中，加入 3 mL HCl，1 mL HNO₃，0.5 mL HF，待试剂与样品充分反应后盖紧消解罐，放入微波消解仪中，参照表 2 升温程序进行消解。待试样消解完全冷却至室温后取出，开罐，将试样转移至 50 mL 容量瓶中用水定容，摇匀，过滤后待测。

表 2 微波消解升温程序

步骤	升温时间 /min	温度 /°C	保持时间 /min
1	5	120	3
2	5	150	3
3	5	170	5
4	5	185	15

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

使用 5% 硝酸配制多元素混合标准溶液，标准溶液浓度见表 3，其中 As, Cu, Fe, Zn 配成一组标液，Ag, Cd, Hg 配成一组标准溶液，并向含 Hg 标液中加入最终浓度为 1 mg/L 的 Au 溶液以消除 Hg 元素的记忆效应。

表 3 混合标准曲线各元素浓度

元素	浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ag	0	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00
As	0	0.50	1.00	5.00	10.0	20.0
Cd	0	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00
Cu	0	0.50	1.00	5.00	10.0	20.0
Fe	0	0.50	1.00	5.00	10.0	20.0
Hg	0	0.05	0.10	0.20	0.50	1.00
Zn	0	0.50	1.00	5.00	10.0	20.0

部分元素标准曲线见图 1- 图 4。

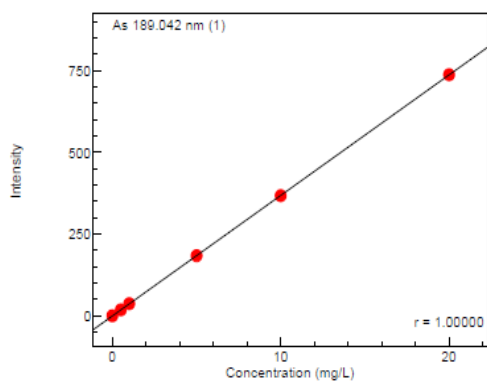


图 1 砷 (As) 标准曲线

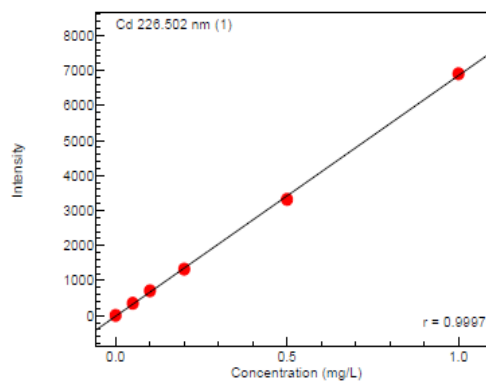


图 2 镉 (Cd) 标准曲线

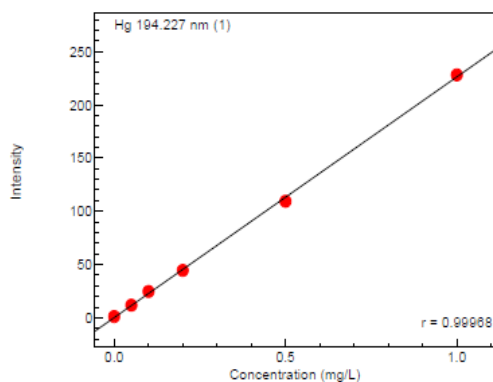


图 3 汞 (Hg) 标准曲线

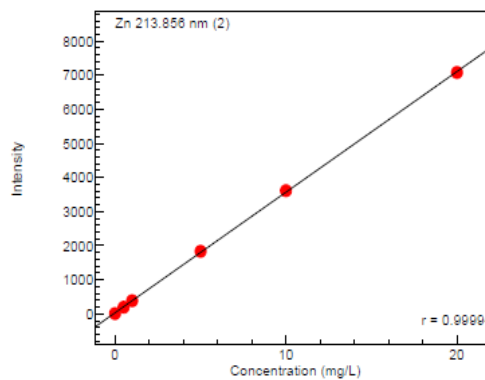


图 4 锌 (Zn) 标准曲线

使用样品空白溶液测定 7 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按照样品称样量 0.1 g，定容体积 50 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 4 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	观测方向	方法检出限 (g/kg)	方法定量限 (g/kg)
Ag	238.068	轴向	0.0005	0.002
As	189.042	轴向	0.0145	0.047
Cd	226.502	轴向	0.0005	0.001
Cu	324.754	径向	0.4560	1.520
Fe	259.940	径向	0.0255	0.085
Hg	194.227	轴向	0.0030	0.009
Zn	213.856	径向	0.0155	0.051

3.2 样品结果

对消解后的铅锌矿粉进行测定，测定结果见表 5。

表 5 铅锌矿中多元素测定结果

元素	稀释倍数	测定浓度 (mg/L)	测定结果 (g/kg)	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (% , n=3)
Ag	未稀释	0.10	0.05	0.10	99.0	1.34
As	10	1.27	6.35	5.00	100.4	0.25
Cd	10	0.27	1.35	0.20	99.0	0.19
Cu*	10	3.35	16.75	5.00	101.0	0.81
Fe*	10	4.5	22.5	5.00	103.0	0.46
Hg	未稀释	N.D.	N.D.	0.10	99.3	0.66
Zn*	100	7.69	384.5	5.00	102.2	0.10

注：1.N.D. 表示未检出。2.* 表示使用径向观测测定。

■ 结论

使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪对铅锌矿中铜、铁、砷、锌、镉、汞和银含量进行测定，该方法线性良好，测试准确度高，精密度好，满足铅锌矿中多元素含量测定要求。

岛津应用云

