

# 玻璃熔片制样 X 射线荧光光谱法分析铅精矿

MXF-009

**摘要：**试样和复合氧化剂按一定比例混匀，放入铂黄坩埚中，在马弗炉中进行预氧化，使矿石中的硫化物转化成氧化物后，熔融制成玻璃熔片，用 X 射线荧光光谱法（XRF）分析铅精矿中的 Pb、Zn、Cu、Fe、S 等主要元素。此方法解决了铅精矿在高温熔融时对铂金坩埚的腐蚀问题，消除了矿物效应和颗粒效应，提高了分析结果的准确度，数据稳定性良好。

**关键词：**玻璃熔片 XRF 预氧化 铅精矿

自然界中的铅矿可分为硫化矿和氧化矿两大类，其中硫化矿分布最广。主要的硫化矿物是方铅矿（PbS），氧化铅矿主要由白铅矿（PbCO<sub>3</sub>）和铅矾（PbSO<sub>4</sub>）组成，属次生矿，是由硫化物矿长期自然风化而成。铅矿石经破碎、浮选富集后可以得到含铅 40%~70% 的铅精矿，用来生产金属铅、铅合金、铅化合物等。

铅精矿常见的分析方法有：经典化学法、火焰原子吸收光谱法（AAS）、原子荧光光谱法（AFS）等，但这些方法都需要复杂的化学前处理，步骤繁琐，分析时间长，对水和大气有一定的化学污染，对环境不友好。X 射线荧光光谱法具有可测元素范围广、浓度范围宽，同时具有快速、准确、操作简单、对环境友好等特点，已广泛应用于多个行业的分析检测。

玻璃熔片制样破坏了矿石原有矿物结构，消除了试样的基体效应和颗粒效应，极大的提高了 XRF 法的准确度，同时不产生废水废液，对环境友好。但熔融制样需要在铂金坩埚内进行，而硫化物铅矿在高温下

可以和铂形成共溶物，严重腐蚀铂金坩埚，所以常见的铅精矿要想熔融制样，必须对样品进行充分的预氧化，使其转变为氧化物。

本方法选用岛津公司开发的复合氧化剂，对试样预氧化后，制成玻璃熔片，在 X 射线荧光光谱上建立工作曲线，经实验验证，该方法简单快速、准确可靠、方便可行。



## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

日本岛津 MXF-N3 plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪

洛阳特耐 TNRY-01C 型全自动熔样炉

洛阳特耐 GJ1100A 型马弗炉

### 1.2 分析条件

熔样炉工作条件：

熔样温度：1050 °C

前静置时间：120 s

炉体摆动时间：900 s

后静置时间：10 s

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

元素	分析谱线	电压 /kV	电流 /mA	分光晶体	探测器	PHA	2θ/°	测量时间 /s
Pb	Lβ	40	70	LiF	Ar Multitron	20-110	28.26	40
Cu	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	20-120	45.03	40
Fe	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	20-115	57.52	40
Zn	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	20-110	41.80	40
S	Kα	40	70	NaCl	Ne Exatron(Be)	20-130	110.67	40
Si	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-140	108.88	40

## ■ 样品前处理

称取混合熔剂 6.0000 g 和 0.2000 g 试样混匀，置于铂黄坩埚中，放到 700 °C 的马弗炉中预氧化 20 min，取出，再称取 4.0000 g 熔剂加入铂黄坩埚中，滴加 10 滴脱模剂，放入熔样炉中，按熔样程序熔融。取出冷却后按仪器设定的工作条件测定。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准样品

本方法选用国家标准样品、行业标准样品和配制样品制作工作曲线，标样化学成分见表 2。

表 2 标样化学成分 (%)

样品编号	Pb	Zn	Cu	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	S	SiO <sub>2</sub>
GBW07235	4.17	0.062	0.2	4.37	0.86	43.63
GBW07236	0.61	0.092	0.035	3.79	0.38	30.51
GBW07237	0.25	2.75	0.71	3.50	2.87	82.95
BY0111-1	58.06	0.982	0.48	15.27	1.13	0.344
GBW07234	-	0.013	0.19	12.25	0.14	53.26
YSS023-2004	1.76	1.94	2.33	50.29	0.26	-
ZBK409	73.42	2.68	0.058	2.43	14.22	1.81
ZBK408	57.44	2.33	0.29	4.40	15.71	3.52
ZBK399	15.09	1.44	0.85	9.69	19.26	7.92
P-1	43.74	13.29	0.55	14.42	8.63	0.87
P-2	29.21	21.98	0.31	10.59	0.57	10.12
P-3	14.54	0.36	16.39	35.61	1.06	0.086

注：P-1、P-2、P-3 是配制样品。

### 3.2 工作曲线

用选定样品按本方法条件建立工作曲线，曲线线性良好，主要元素工作曲线见下图：

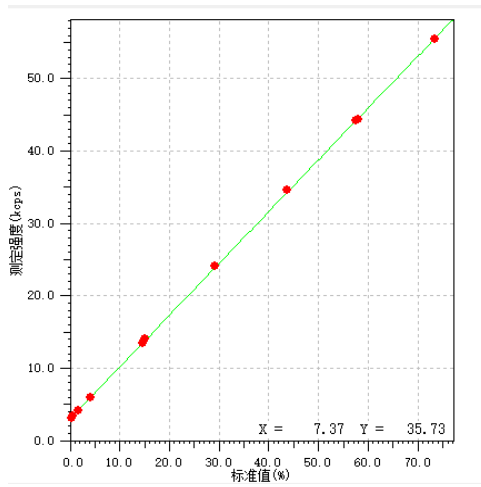


图 1 Pb 元素工作曲线

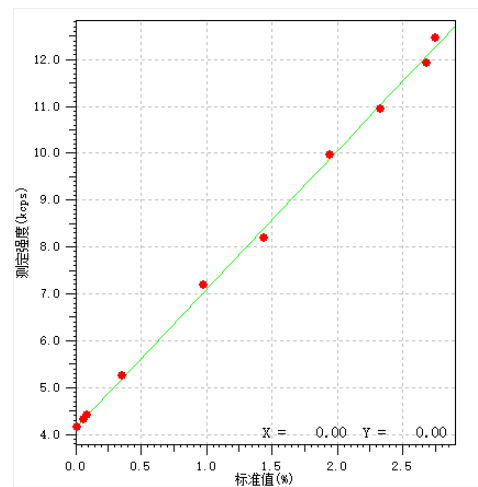


图 2 Zn 元素工作曲线

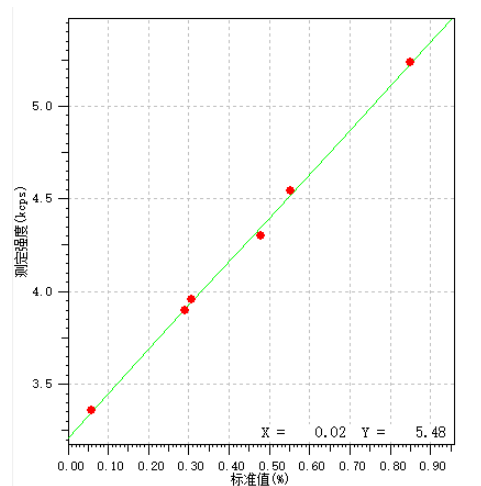


图 3 Cu 元素工作曲线

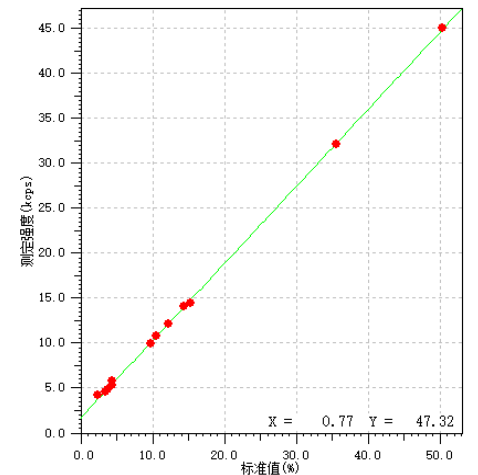


图 4 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 元素工作曲线

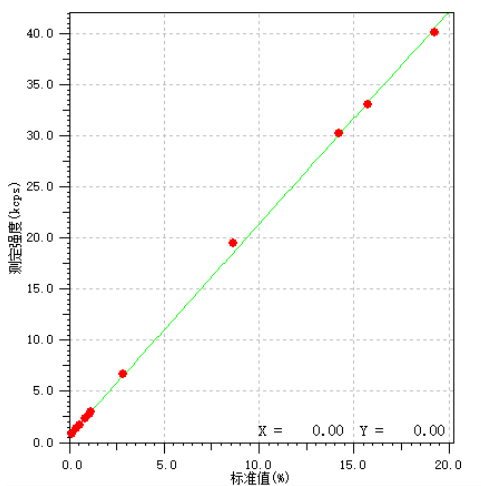


图 5 S 元素工作曲线

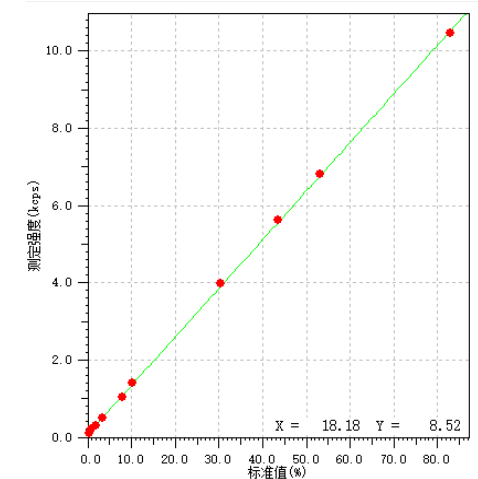


图 6 SiO<sub>2</sub> 元素工作曲线

### 3.3 精度实验

选用 ZBK409 标样作为验证样，连续测试 11 次，统计标准偏差和相对标准偏差，见下表：

表 3 方法精度试验结果 (%)

样品编号	Pb	Zn	Cu	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	S	SiO <sub>2</sub>
N=1	73.18	2.64	0.060	2.51	14.28	1.79
N=2	73.15	2.64	0.058	2.50	14.29	1.85
N=3	73.23	2.65	0.046	2.51	14.29	1.86
N=4	73.19	2.64	0.049	2.53	14.27	1.86
N=5	73.13	2.64	0.053	2.51	14.30	1.83
N=6	73.13	2.63	0.057	2.52	14.27	1.83
N=7	73.17	2.63	0.057	2.54	14.29	1.85
N=8	73.22	2.64	0.055	2.53	14.33	1.84
N=9	73.16	2.64	0.047	2.53	14.30	1.84
N=10	73.20	2.65	0.053	2.52	14.29	1.84
N=11	73.14	2.64	0.061	2.52	14.28	1.82
AVE	73.17	2.64	0.054	2.52	14.29	1.84
R	0.10	0.014	0.015	0.043	0.063	0.064
SD	0.034	0.005	0.005	0.012	0.016	0.018
RSD	0.047	0.18	9.47	0.49	0.11	1.00

### 3.4 准确度实验

以标样 ZBK408 二次分析的平均值与标准值比较，对比数据见下表：

表 4 方法准确度试验结果 (%)

编号	数据来源	Pb	Zn	Cu	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	S	SiO <sub>2</sub>
ZBK408	标准值	57.44	2.33	0.29	4.40	15.71	3.52
	测量平均值	57.51	2.31	0.28	4.42	15.64	3.57

## ■ 结论

铅精矿经预氧化后制成玻璃熔片，使用岛津 MXF-N3 plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪分析，工作曲线线性良好，方法精密度高，不产生化学污染，对环境友好，可以为铅精矿主量元素的分析提供快速、有效、可靠、环保的检测手段。

岛津应用云

