

ICP-OES 测定铁矿石中钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴、含量

ICP-139

摘要：参考国家标准《GB/T 6730.76-2017 铁矿石钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》，利用电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 测定了铁矿石中钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴等 9 种元素含量。样品用盐酸、氢氟酸、硝酸和高氯酸混合酸加热溶解，以钇 (Y) 为内标进行测试。分析结果表明，该方法检出限为 0.07 mg/kg~62.0 mg/kg，铁矿石标准物质测定结果与标准值一致，该方法可适用于铁矿石中金属杂质元素含量的快速测定。

关键词：ICP-OES 铁矿石 元素 含量

铁矿石是钢铁工业的基础原料，种类繁多。铁矿石中常见元素有铁、硅、铝、硫、磷、钙、镁、锰、钛、铜、铅、锌、钾、钠、砷等。在铁矿石的综合评价与综合利用中，除了测定全铁及亚铁含量外，为了控制冶炼加工过程中的炉料成分，常需要测定铁矿石中的其他杂质元素含量。

铁矿石分析方法主要有重量法、滴定法、比色法、原子吸收法、等离子体发射光谱法、X 射线荧光光谱法

等。电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES) 作为一种成熟的多元素分析方法，应用范围广，分析速度快，线性范围宽，能实现不同含量的多指标元素同时分析。

本文采用盐酸、硝酸、氢氟酸和高氯酸分解样品，电感耦合等离子体发射光谱仪内标法分析铁矿石中 9 种金属元素，方法简便快捷，可用于铁矿石中杂质元素日常检测。

实验部分

1.1 对照品

元素混合标准溶液，浓度 1000 mg/L；钒 (V)、钇 (Y) 标准溶液，浓度 1000 mg/L。

1.2 实验检材

铁矿石成分分析标准物质 (YSBC 28785-2015)。

1.3 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.4 试剂

盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸，优级纯。

方法和结果

2.1 对照品溶液配制

用 2% 硝酸将标准溶液稀释为一定浓度梯度的混合标准序列。

2.2 样品的处理方法

准确称取 0.500 g 铁矿石样品于聚四氟烧杯中，用水润湿，加入 10 mL HCl、1 mL HNO₃、4 mL HF、3 mL HClO₄，盖上盖子，放置于电热板上加热至完全溶解，打开盖子蒸发近干。加入 10 mL 20% HNO₃ 溶解，冷却后转移、定容至 100 mL，同时做空白试验。

2.3 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	14.0 L/min
辅助气流速	1.20 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	标准炬管	雾化器类型	同轴
雾化室	旋流	高频频率	27.12 MHz

结果与讨论

2.1 标准曲线和质谱峰轮廓图

以 2% HNO_3 配制多元素混合标准序列，浓度见表 2，钇内标浓度为 2.5 mg/L。部分元素标准曲线线性和谱峰轮廓图见图 1、图 2。

表2 元素标准序列浓度

元素	标准序列 (mg/L)							
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8
Co	0	0.1	0.2	0.5	2	-	-	-
Cr	0	0.1	0.2	0.5	2	-	-	-
Cu	0	0.1	0.2	0.5	2	5	-	-
K	0	0.1	0.2	0.5	2	5	10	20
Na	0	0.1	0.2	0.5	2	5	10	-
Ni	0	0.1	0.2	0.5	2	-	-	-
Pb	0	0.1	0.2	0.5	2	-	-	-
V	0	0.2	0.4	1	2	-	-	-
Zn	0	0.1	0.2	0.5	2	5	-	-

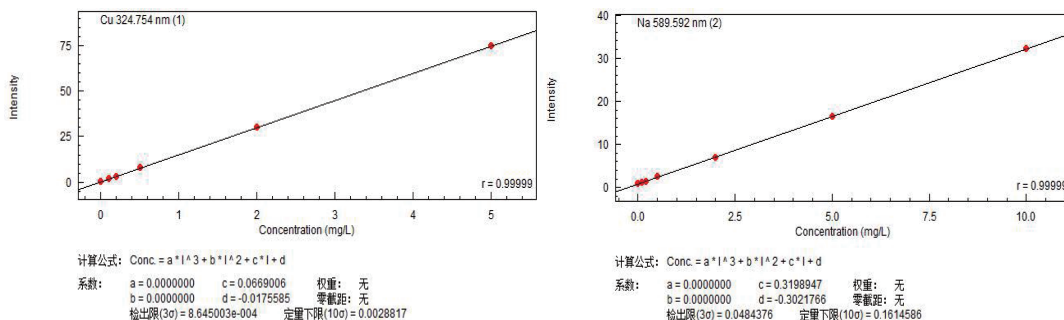


图1 铜Cu和钠Na标准曲线线性图

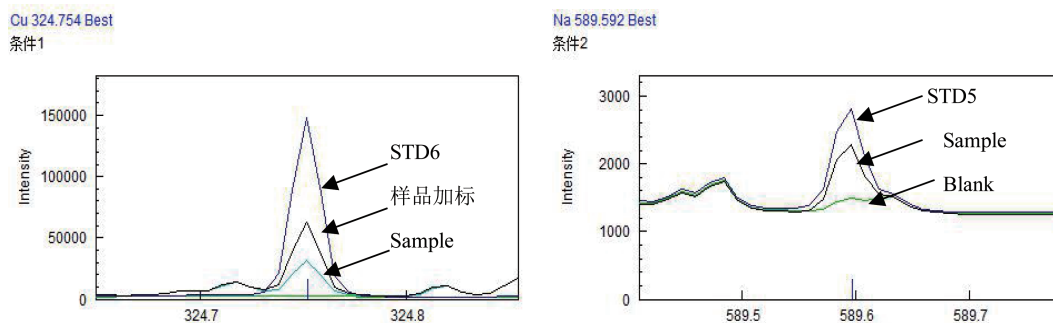


图2 铜Cu和钠Na谱峰轮廓图

3.2 检出限

以方法空白溶液连续测定7次,计算方法检出限,以称样量0.5 g定容到100 mL计算,得到该方法的检出限(MDL),各元素检出限为0.07 mg/kg~62.0 mg/kg,详细结果见表3。

表3 元素方法检出限

元素	波长(nm)	观测方向	MDL(mg/kg)
Co	228.616	轴向	0.19
Cr	267.716	轴向	1.41
Cu	324.754	轴向	0.25
K	766.490	径向	62.0
Na	589.592	径向	8.52
Ni	231.604	轴向	1.49
Pb	220.353	轴向	1.50
V	311.071	轴向	0.07
Zn	202.548	轴向	0.16

3.3 方法精密度

对前处理后的铁矿石样品连续6次测定,计算精密度,以相对标准偏差(RSD)表示,各元素RSD为0.22%~1.13%,详细结果见表4。

表4 方法精密度测试结果

元素	波长 (nm)	重复测定值 (mg/L)						平均值 (mg/L)	RSD (%)
		S1	S2	S3	S4	S5	S6		
Co	228.616	0.19	0.19	0.19	0.20	0.19	0.20	0.19	1.13
Cr	267.716	0.18	0.18	0.18	0.19	0.18	0.18	0.18	0.59
Cu	324.754	1.72	1.71	1.71	1.71	1.71	1.70	1.71	0.31
K	766.490	12.3	12.2	12.0	12.3	12.1	12.3	12.2	0.93
Na	589.592	2.82	2.86	2.88	2.86	2.88	2.88	2.86	0.73
Ni	341.476	0.099	0.099	0.099	0.103	0.096	0.105	0.10	3.18
Pb	220.353	0.99	0.99	0.99	0.99	0.99	0.99	0.99	0.16
V	311.071	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.36	0.63
Zn	202.548	1.33	1.32	1.32	1.33	1.31	1.33	1.32	0.57

3.4 方法准确性

取三份铁矿石标准物质,按照前处理程序处理后ICP-OES内标法(Y 371.030 nm)测定,测定结果见表5,相对标准偏差(RSD)为1.0%~4.9%,测定结果与标准值一致。

表5 铁矿石测定结果

元素	波长 (nm)	观测 方向	测定值 (mg/L)	RSD (%)	样品结果 (%)	平均值 (%)	RSD (%)	标准值与不确定度 (%)
Co	228.616	轴向	0.19	0.48	0.0038	0.0040	3.5	0.0041±0.0002
			0.20	1.39	0.0040			
			0.21	0.77	0.0041			
Cr	267.716	轴向	0.18	0.22	0.0037	0.0039	4.9	0.0036±0.0003
			0.19	0.93	0.0038			
			0.20	0.93	0.0041			
Cu	324.754	轴向	1.75	0.10	0.035	0.036	1.0	0.037±0.001
			1.81	0.23	0.036			
			1.86	0.07	0.037			
K	766.49	径向	12.2	0.58	0.244	0.254	3.9	0.252±0.004
			12.7	0.61	0.254			
			13.2	0.63	0.264			
Na	589.592	径向	3.07	0.29	0.056	0.058	3.4	0.056±0.002
			3.17	0.21	0.058			
			3.28	0.70	0.060			
Ni	341.476	轴向	0.10	2.10	0.0020	0.0020	3.2	/
			0.10	1.62	0.0020			
			0.11	5.37	0.0021			
Pb	220.353	轴向	0.99	0.84	0.0197	0.020	3.7	0.020±0.001
			1.02	1.50	0.0204			
			1.06	0.44	0.0212			
V	311.071	轴向	0.36	0.34	0.0072	0.0074	1.8	0.0073±0.0003
			0.37	0.81	0.0074			
			0.37	0.59	0.0075			
Zn	202.548	轴向	1.33	0.42	0.0266	0.028	3.6	0.028±0.001
			1.38	1.11	0.0276			
			1.43	0.74	0.0286			

结论

参考国家标准《GB/T 6730.76-2017 铁矿石钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴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内标法测定了铁矿石中钾、钠、钒、铜、锌、铅、铬、镍、钴元素含量。该方法灵敏度高，方法检出限 0.07 mg/kg~62.0 mg/kg，内标法不需要基体匹配，适用于铁矿石中元素分析测定。