

ICP-AES 测定锌精矿中的多种金属元素

ICP-062

摘要: 采用高压消解罐法前处理锌精矿样品, ICP-AES 法测定了锌精矿 GBW07168 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, 可同时测定锌精矿中的多种金属元素, 该方法检出限低, 精密度高, 分析结果与标准值相吻合。

关键词: 地质 锌精矿 金属元素 元素间校正

锌精矿是生产金属锌、锌化合物等的主要原料。金属锌主要是生产铜合金、铝合金、镁合金、铅锌合金及锌化合物用于钢铁、冶金、机械、电气、化工、轻工、军事和医药等领域。近年来, 入厂原料锌精矿的来源多样化, 如何准确、快速地测定锌精矿中杂质元素的含量, 对锌产品各工序工艺参数的控制, 及整个生产工艺过程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 法研究测定了锌精矿 GBW07168 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

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小

时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO₃、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 0.1g 样品 (精确到 0.0001g), 在 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中用少量水润湿, 加入 3 mL 盐酸和 2 mL 硝酸, 加盖置于电热板上, 于 110°C 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°C, 继续分解样品 2 h。揭盖升温至 150°C 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 体积。分别稀释 5 倍和 100 倍后, 待测。

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

结果与讨论

2.1 标准曲线配制

使用 2% 王水溶液配制 Al、As、Ca、Cd、Cu、Fe、Ga、Hg、Mg、Mn、Pb、Sb 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
Al*	394.403	0	1.0	3.0	5.0	10.0	--
As	193.759	0	0.5	1.0	3.0	10.0	--
Ca*	317.933	0	--	5.0	10.0	20.0	40.0
Cd*	226.502	0	1.0	3.0	5.0	10.0	--
Cu*	324.754	0	1.0	3.0	5.0	10.0	--
Fe	238.204	0	1.0	3.0	5.0	10.0	--
Ga	294.364	0	0.1	1.0	3.0	5.0	--
Hg	184.950	0	0.5	1.0	3.0	10.0	--
Mg*	279.553	0	0.5	1.0	2.0	3.0	--
Mn*	257.610	0	0.1	1.0	3.0	5.0	--
Pb	220.353	0	--	5.0	10.0	20.0	30.0
Sb	217.581	0	--	1.0	3.0	5.0	--
Zn*	334.502	0	--	10.0	20.0	30.0	50.0

2.2 部分元素的标准曲线

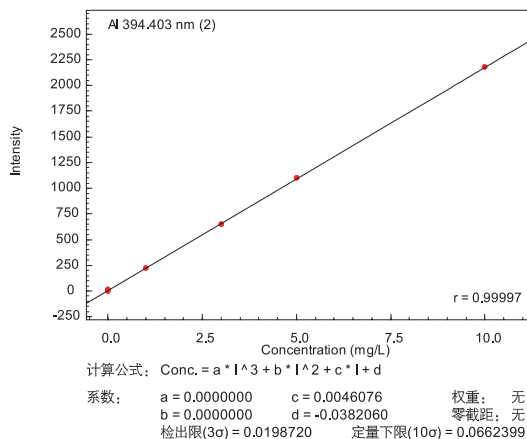


图1 Al标准曲线

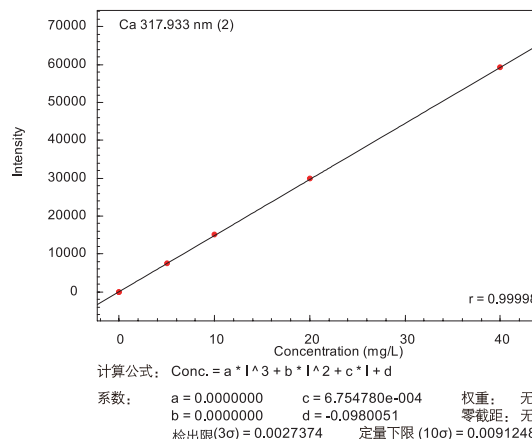


图2 Ca标准曲线

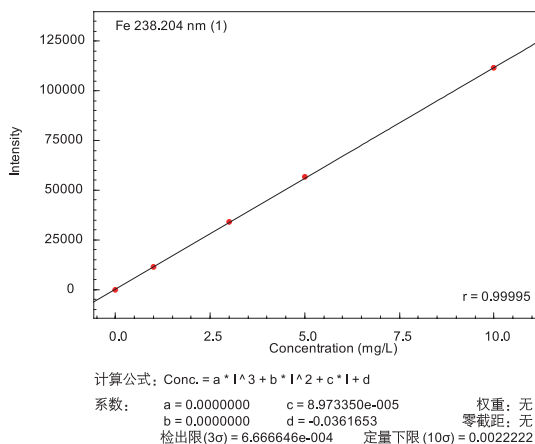


图3 Fe标准曲线

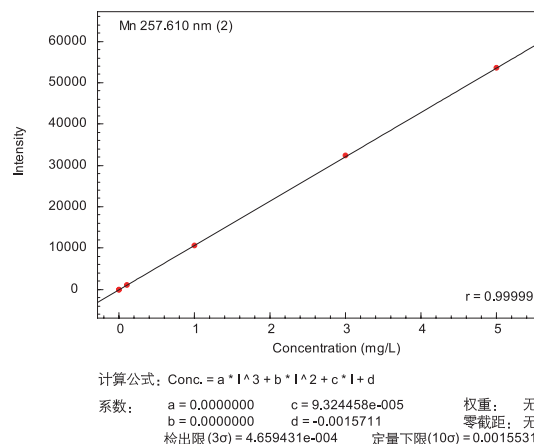
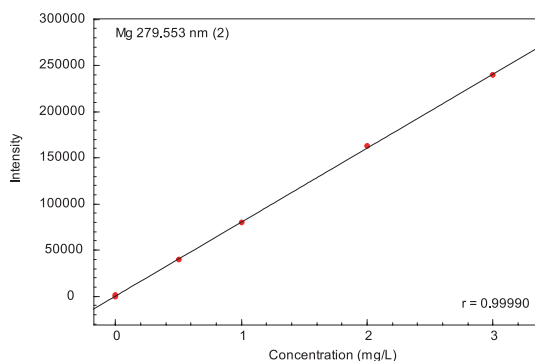
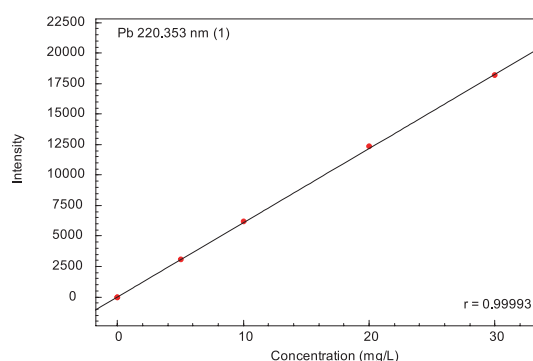


图4 Mn标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 1.247949e-005 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0085399 零截距: 无
 检出限(3σ) = 3.359735e-004 定量下限(10σ) = 0.0011199

图5 Mg标准曲线



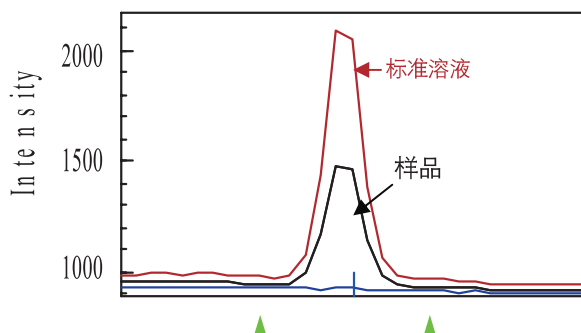
计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0016430 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0540856 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0059612 定量下限(10σ) = 0.0198705

图6 Pb标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

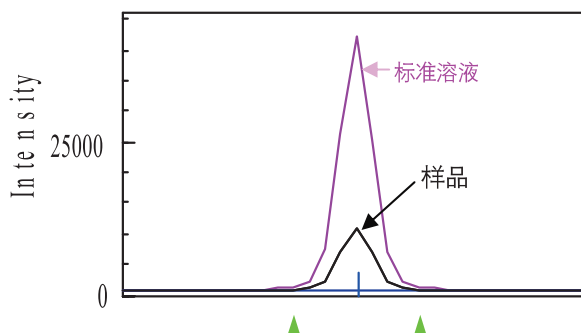
Al 394.403 Best

条件2



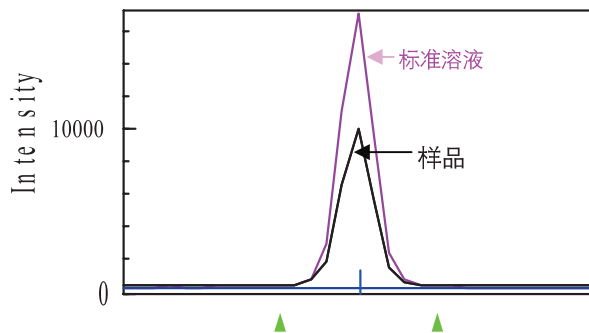
Ca 317.933 Best

条件2



Pb 220.353 Best

条件1



Mg 279.553 Best

条件2

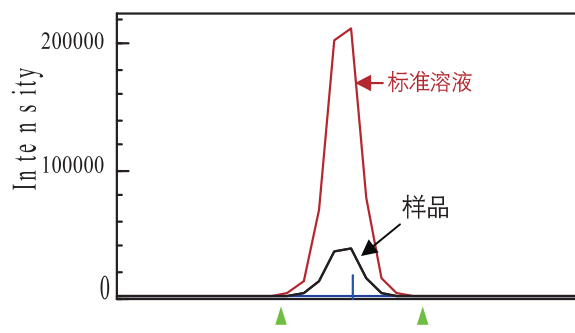


图7 部分元素的谱峰轮廓图

2.4 锌精矿样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量锌精矿标准品中的各元素，同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限。

表3 锌精矿GBW07168样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/L)	GBW07168 标准值	测定结果	单位	RSD (%)
Al ₂ O ₃	0.004	0.57±0.08	0.56	%	0.13
As	0.01	0.064±0.006	0.061	%	0.28
CaO	0.003	(0.96)*	0.87	%	0.06
Cd	0.0008	0.129±0.05	0.130	%	0.14
Cu	0.002	0.138±0.008	0.140	%	0.21
Fe	0.0007	6.39±0.14	6.26	%	0.65
Ga	0.003	0.018±0.0031	0.0202	%	0.59
Hg	0.002	0.056±0.008	0.057	%	1.82
MgO	0.0003	0.085±0.014	0.074	%	0.45
Mn	0.0005	0.025±0.003	0.0267	%	0.23
Pb	0.006	1.44±0.03	1.43	%	0.56
Sb	0.007	0.0132±0.0013	0.0142	%	1.30
Zn	0.03	52.7±0.30	53.30	%	0.23

结论

采用硝酸-氢氟酸封闭高压消解罐法前处理锌精矿标准样品，ICP-AES法测定了锌精矿GBW07168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，适用于地质样品锌精矿中多种金属元素的定量分析。