

ICP-AES 法测定硫化物矿石中的 14 种常微量元素

ICP-063

摘要：实验采用高压消解罐法前处理硫化物矿石样品，ICP-AES 法测定了多金属矿石 GBW07163 标准物质中的 14 种常微量元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好，可同时测定多金属矿石中的常微量元素，该方法精密度高，分析结果与标准值相吻合。

关键词：地矿 多金属矿石 常微量元素

多金属矿石对地质环境和成矿条件有标识作用，是矿物学领域的重要研究对象。地质研究中对矿产评价、选矿、矿产品检验不仅要求分析硫化物矿石中的主量元素和成矿元素，而且要求准确测定多种微量元素。它们的分布、分配和含量变化常常反映出一般难以观察到的潜在规律，可以为成矿预测和普查勘探研究提供相关信息。ICP-AES 是地质样品中多元素，尤其是主、次元素同时分析的重要技术，因此广泛应用于硫化物矿石的分析。本文采用高压消解罐法消解硫化物矿石，用岛津公司全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9000 (CCD 检测器) 测定了多金属矿石 GBW07163 标准物质中的 14 种常微量元素的含量。

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 试剂电子纯试剂，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) 试样于封闭溶样器的聚四氟乙烯内罐中，加入 1 mL HNO₃、2 mL HF，盖上聚四氟乙烯上盖，装入钢套中，拧紧钢套盖。将高压消解罐放入烘箱中，190℃ 下保持 48h。冷却后，取出聚四氟乙烯内罐，在电热板上于 165℃ 蒸发至干。然后再加入 1 mL HNO₃ 蒸发至干，此步骤再重复一次。最后，加入 5 mL 6 mol/L HCl，再次封闭于钢套中，150℃ 保持 5 h，冷却后定容至 25 mL，待测。样品稀释 4 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	炬管类型	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 5% 盐酸配制混合标准溶液，如表 2。

表2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	分析波长 (nm)	观测方式	标准曲线浓度							单位
			Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	
S	180.731	纵向	0	-	0.0001	0.0010	0.005	-	0.010	%
K	766.490	纵向	0	-	0.00005	0.0005	0.0025	-	0.005	%
Al	309.271	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	0.0098	-	%
Fe	239.562	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	0.0098	-	%
Zn	202.548	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	0.0098	-	%
Ca	422.673	纵向	0	-	0.00005	0.0005	0.0025	-	-	%

As	189.042	轴向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025			%
Cu	224.700	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	-	-	%
Pb	220.353	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	-	-	%
Mg	383.826	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	-	-	%
Na	589.592	轴向	0	0.00005	0.00025	0.0005	0.0010	-	-	%
Mn	260.569	纵向	0	0.00001	0.0001	0.0005	-	-	-	%
Ag	328.068	轴向	0	0.10	0.50	1.0	-	-		mg/L
Cd	214.438	轴向	0	0.10	1.0	-	-	-		mg/L

2.2 部分元素的标准曲线

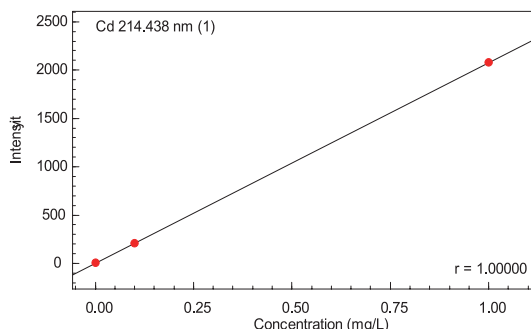


图1 Cd的标准曲线

计算公式: $\text{Conc.} = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$

系数: a = 0.0000000 c = 4.820279e-004 权重: 无
b = 0.0000000 d = -0.0022416 零截距: 无

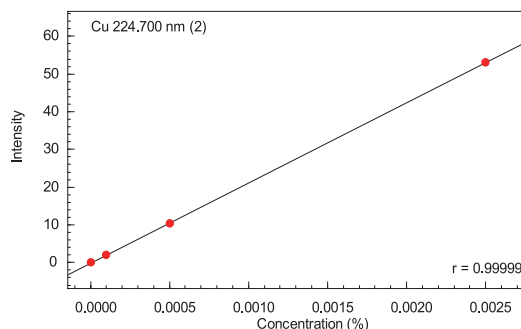


图2 Cu的标准曲线

计算公式: $\text{Conc.} = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$

系数: a = 0.0000000 c = 4.700068e-005 权重: 无
b = 0.0000000 d = 4.797090e-006 零截距: 无

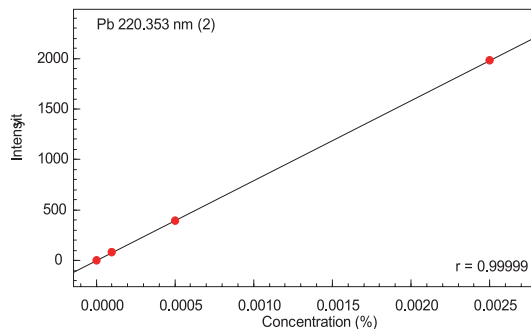


图3 Pb的标准曲线

计算公式: $\text{Conc.} = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$

系数: a = 0.0000000 c = 1.262312e-006 权重: 无
b = 0.0000000 d = -1.631306e-006 零截距: 无
检出限(3) 19 162 00 定量下限(10) 6 838 4 00

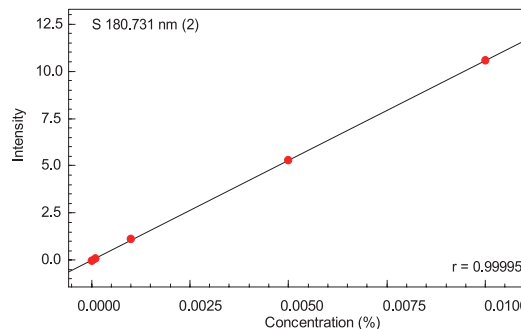


图4 S的标准曲线

计算公式: $\text{Conc.} = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$

系数: a = 0.0000000 c = 9.455721e-004 权重: 无
b = 0.0000000 d = -1.133203e-005 零截距: 无

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Cd 214.438 Best

条件1

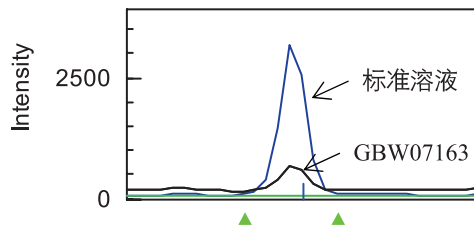


图5 Cd的谱峰轮廓图

Cu 224.700 Best

条件2

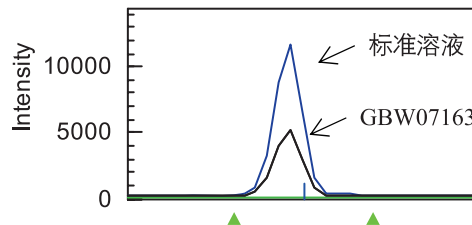


图6 Cu的谱峰轮廓图

Pb 220.353 Best

条件2

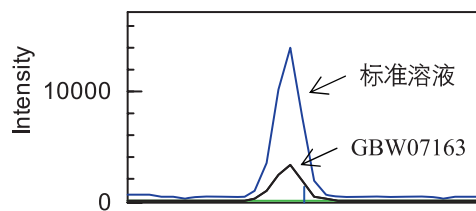


图7 Pb的谱峰轮廓图

S 180.731 Best

条件2

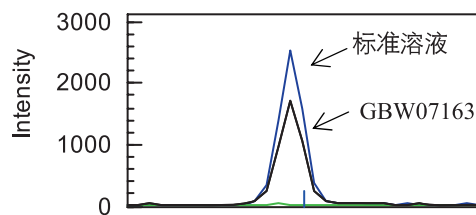


图8 S的谱峰轮廓图

2.4 多金属矿石样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量多金属矿石标准品中的常微量元素，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 多金属矿石样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GBW07163			单位
		标准值	测定值	RSD (%)	
Al ₂ O ₃	0.08	11.2±0.3	11.3	0.86	%
Fe	0.04	8.4±0.3	8.4	0.02	%
Zn	0.005	4.26±0.15	4.37	0.35	%
S	0.49	6.74±0.11	6.80	0.61	%
CaO	0.07	4.7±0.2	4.6	0.63	%
K ₂ O	0.88	3.1±0.3	3.0	0.86	%
As	0.04	0.28±0.03	0.25	0.32	%
Cu	0.04	1.05±0.03	1.07	0.09	%
Pb	0.20	2.17±0.07	2.17	0.20	%
MgO	0.09	1.39±0.07	1.33	0.56	%
Na ₂ O	0.08	0.24±0.04	0.21	1.22	%
Mn	0.006	0.38±0.04	0.39	0.25	%
Cd	0.0008	172±8	168	0.59	ug/g
Ag	0.0009	220±10	212	0.14	ug/g

结论

采用硝酸 - 氢氟酸封闭高压消解罐法前处理多金属矿石标准样品，ICP-AES 法测定了多金属矿石 GBW07163 标准物质中的 14 种常微量元素的含量。该方法线性范围宽，检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合，适用于多金属矿石样品中常微量元素的定量分析。