ICP-AES 测定铁矿石中的铅①

王 慧②[a]　许玉宇[a]　王国新[a,b]　刘 烽[a]　吴 骋[a]
a(常熟出入境检验检疫局　江苏省常熟市海虞北路 49 号　215500)
b(复旦大学化学系　上海市邯郸路 220 号　200433)

摘　要　采用浓盐酸溶解样品,电感耦合等离子体-原子发射光谱法测定铁矿中的铅元素含量,方法检出限为 0.001%。对有证标准物质进行分析,测定值与证书值吻合,相对标准偏差为 1.99%—2.21%。

关键词　电感耦合等离子体-原子发射光谱法; 铁矿石; 铅
中图分类号: O657.31　　文献标识码: B　　文章编号: 1004-8138(2011)05-2260-04

1　引言

我国是钢铁的生产大国,对钢铁的重要原料铁矿石的消耗量大,需要大量从国外进口,被称为"全球吸铁石"。铁矿石中的铅在高炉内 100% 还原成金属铅,由于其熔点比生铁低、密度大且不溶于生铁,易沉在铁水下面,渗入高炉砖缝,将砖浮起,破坏炉底[1];另外,冶炼过程中产生的铅蒸汽严重危害人体健康,造成铅中毒[2]。因此,对入炉的铁矿石必须限定其铅含量,一般要求铅含量≤0.1%。

目前铁矿石中铅含量的测定方法以火焰原子吸收光谱法居多,样品的前处理过程相对繁琐。GB/T 6730.54-2004《铁矿石 铅含量的测定》中[3],铁矿样品需经盐酸、氢氟酸、硝酸溶解,残渣过滤,4-甲基-2-戊酮萃取等一系列步骤后,方可用火焰原子吸收光谱法测定。张晓等[4]用盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸等分解试样,然后用原子吸收光谱法进行测定。余清等[1]人简化了方法,采用盐酸-氢氟酸一次性溶样,然后用空气-乙炔火焰原子吸收光谱法测定铅、锌、铜含量。

电感耦合等离子体-原子发射光谱仪(ICP-AES)自商品化以来,已广泛应用于无机样品分析各个领域[5—8],它可同时测定多种元素,仪器灵敏度高、稳定性好。检验检疫行业标准 SN/T 2262-2009[9]中,试样在高压密闭微波消解仪中用盐酸、硝酸、氢氟酸溶解,加入硼酸络合多余的氢氟酸,然后用 ICP-AES 进行测定。

本文采用浓盐酸处理铁矿石样品,ICP-AES 直接进行测定,并采用国家标准物质对测定结果进行验证,取得了满意的结果。该法前处理过程简单,测定结果准确,可用于铁矿石样品中铅含量的快速测定。

① 国家质检总局科研项目(2009B581)
② 联系人,电话: (0512) 52820355; 传真: (0512) 52829313; E-mail: huiwang-mlxp@126.com
作者简介: 王慧(1981—),女,南京市人,工程师,硕士,主要从事金属材料分析研究工作。
收稿日期: 2010-12-02; 接受日期: 2011-01-04
© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.c

2　实验部分

2.1　仪器与试剂

Thermo Fisher iCAP 6300 全谱直读电感耦合等离子体-原子发射光谱仪(美国赛默飞世尔科技有限公司); Witopet 单通道可调容量移液器(德国 Witeg 有限公司)。

铅标准储备溶液: 1000mg/L(钢铁研究总院国家钢铁材料测试中心); 铁矿标准物质[YSB14721-98、YSB14722-98、武汉钢铁(集团)公司技术中心]; 盐酸、硝酸均为优级纯。实验用水为去离子水(18MΩ·cm)。

2.2　仪器工作条件

高频功率 27.12MHz, 输出功率 1150W, 冷却气流量 15L/min, 辅助气流量 0.5L/min, 雾化器溶液吸喷速率 1.0mL/min, 垂直观察高度 12mm。分析线: Pb 220.3nm(Ⅱ)。

2.3　实验方法

2.3.1　样品制备

将粒度小于 100μm 的铁矿石样品于 105℃±2℃干燥 2h。称取试样 0.100g(准确至 0.0001g), 置于 100mL 烧杯中, 加入 10mL 浓盐酸, 低温加热溶解。待反应完全停止后加热煮沸, 取下冷却、过滤, 用去离子水定容至 100mL 容量瓶中, 按仪器工作条件测定铅元素含量。

2.3.2　校准曲线绘制

称取 1.0000g 不含铅的铁矿石样品于烧杯中, 加入 20mL 浓盐酸, 低温溶解, 待样品反应完全后加热煮沸, 用去离子水定容至 100mL 容量瓶中。再取 5 个 100mL 容量瓶, 在每个容量瓶中分别加入 10mL 上述溶液作基体匹配, 配制标准系列溶液, 分别用移液器移取 0, 10, 50, 100, 200μL 的铅标准溶液(1000mg/L)于上述容量瓶中, 用水定容后得到的元素浓度分别为 0, 0.1, 0.5, 1, 2mg/L。按仪器工作条件测量标准溶液系列中元素分析线的强度, 以待测元素分析线强度为纵坐标, 以元素的质量浓度为横坐标绘制校准曲线。

3　结果与讨论

3.1　溶样酸体系的选择

分别选择浓硝酸、浓盐酸、王水进行消解样品, 实验发现, 浓硝酸无法完全消解样品, 测得的铅含量偏低; 浓盐酸和王水均能消解铁矿石样品, 虽有不溶物, 但过滤后不影响铅含量的测定, 两种酸体系得到的结果相近, 最终选定浓盐酸为溶样酸体系。

3.2　分析谱线的选择

由于试样溶液中存在大量的铁、硅、铝、镁等元素, 需要研究这些元素对待测铅元素的光谱干扰, 从而确定元素分析线。配制高浓度的 500mg/L 铁、50mg/L 硅、50mg/L 铝、500mg/L 镁单元素溶液以及空白溶液, 测定这些元素在所选待测谱线波长附近的光谱描迹图。试验结果表明 Pb 在 182.2nm、216.9nm、261.4nm 均受 Fe 谱线干扰, 在 283.3nm 受 Fe、Mg 谱线干扰, 不能选作

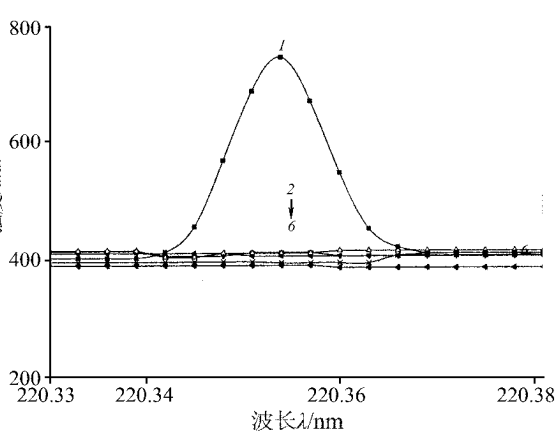

图 1　Pb220.3nm 干扰元素描迹图

1——Pb; *2*——Fe; *3*——Mg; *4*——Si; *5*——Al; *6*——空白。

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.c

分析线; Pb 在 220.3nm 处有光谱峰, 而 Fe、Mg、Si、Al 在此波长附近均不出峰, 即 Pb 220.3 无光谱干扰(见图 1)。因此, 最终选定 Pb 220.3nm 为元素分析线。

3.3 校准曲线和方法检出限

配制系列标准溶液按仪器工作条件进行测定, 以待测元素净发射强度为纵坐标, 以元素的质量浓度为横坐标绘制校准曲线, 得到校准曲线的回归方程。重复测定空白溶液 11 次, 计算标准偏差 σ, 则方法检出限为 3σ(基于 95% 的置信度), 具体见表 1。

表 1 校准曲线线性回归方程和方法检出限

元素	回归方程	相关系数	溶液检出限(mg/L)	样品检出限(%)
Pb	$I = -0.6037 + 294.8552C$	0.9999	0.01	0.001

注: C 单位为 mg/L。

3.4 方法精密度和准确度

按实验方法对武钢技术中心生产的 2 个铁矿标准物质 YSB 14721-98 和 YSB 14722-98 进行测定, 结果见表 2。由表 2 可见, 铁矿标样的测定值与标准值吻合, 测定结果的 RSD 为 1.99%—2.21%。

表 2 标准样品的准确度和精密度 (n= 7)

编号	测定值(%)			平均值(%)	RSD(%)	标准值(%)
YSB 14721-98	0.048	0.048	0.049	0.048	1.99	0.051
	0.048	0.048	0.046			
		0.047				
YSB 14722-98	0.117	0.118	0.118	0.117	2.21	0.119
	0.118	0.114	0.112			
		0.119				

4 结论

本文采用浓盐酸溶解样品, ICP-AES 测定铁矿中的铅含量, 实验结果表明该方法可以将铁矿样品消解完全, 铅元素的测定结果准确可靠。与其他检测方法相比, 该法具有样品溶解过程简单、测定速度快、结果准确、精密度高的特点。

参考文献

[1] 余清, 陈贺海, 张爱珍等. 火焰原子吸收光谱法快速测定铁矿石中铅锌铜[J]. *岩矿测试*, 2009, **28**(6): 598—599.

[2] 林淑华. 谈炼铁附产品铅的危害及防治[J]. *龙岩师专学报*, 2001, **19**(3): 35—36.

[3] 中华人民共和国国家标准. *铁矿石 铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法*[S]. GB/T 6730.54-2004. 北京: 中国标准出版社, 2004. 1—9.

[4] 张晓, 孙绍武. 火焰原子吸收光谱法测定铁矿石中 Zn、Co、Ni、Pb、Cr 含量的研究[J]. *内蒙古石油化工*, 2008, **34**(9): 13—14.

[5] Harahsheh M A, Kingman S, Somerfield C *et al*. Microwave-Assisted Total Digestion of Sulphide Ores for Multi-Element Analysis [J]. *Analytica Chimica Acta*, 2009, **638**(1): 101—105.

[6] 吴冬梅, 陈满荣, 屈海云等. ICP-AES 同时测定南极石中的 22 种元素[J]. *光谱实验室*, 2006, **23**(6): 1170—1173.

[7] 黎香荣, 韦万兴, 崔翔等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定磷矿石中微量有毒元素铅砷镉[J]. *岩矿测试*, 2009, **28**(4): 370—372.

[8] 邵鑫, 李小丹, 何启生. ICP-AES 测定地质样品中铍、硼和镓[J]. *光谱实验室*, 2006, **23**(5): 1012—1014.

[9] 中华人民共和国出入境检验检疫标准. *铁矿石中铝、砷、钙、铜、镁、锰、磷、铅、锌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法*[S]. SN/T2262-2009. 北京: 中国标准出版社, 2009. 1—5.

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c

Determination of Lead in Iron Ores by ICP-AES

WANG Hui[a]　XU Yu-Yu[a]　WANG Guo-Xin[a,b]　LIU Feng[a]　WU Cheng[a]
a(Changshu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Changshu, Jiangsu 215500, P.R. China)
b(Department of Chemistry, Fudan University, Shanghai 200433, P.R.China)

Abstract　Iron ores was dissolved by hydrochloric acid, and the content of lead was examined by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry. The detection limit of this method was 0.001%. Accuracy and precision of this method was verified by the analysis of certified reference materials, and the results were well agreed with the certified data, the relative standard deviations were between 1.99% and 2.21%.

Key words　ICP-AES; Iron Ores; Lead

封四: “保质、高效 —— 《光谱实验室》主要特色”的附件 1

主编不编与主编不主

闲下翻阅地方杂志,有标明主编也有不标的。这倒各随其规而悉听其便。但也有令人疑惑的事,比如记忆中某人在某部门任行政要职,突然间成为一个地方杂志的主编(并非顾问或名誉主编)。是同名还是改了行?无意中渐渐知道,有一些确系既未改行也未重名的,是在“遥控”机制中兼了职。

兼职这事不好妄论,但主编要编,却可以论定。因为,抛开真正的编辑者或者为了某人之名而拉大旗,或者为了某部门捐赠拨款之利而钓大鱼,暂且不去论它。那些遥兼主编的同志真的能够切切实实地履行主编的职责吗?如果并不能切切实实地履行,还是以不挂虚名为好,免得闹出盗名欺世的笑话。

说白一些,“空头主编”并没有看到主编也是一种重要的专职业务岗位,来不得任何一点“名存实亡,失其所业”。这正像企业家不敢贸然兼之,科学家和学者不敢贸然兼之一样,编辑尤其是总其成的主编,同样不好贸然兼之,因为,这是有责、权、利的问题,有术业专长的问题,也还有“法人”而不是声名徒自远扬的问题。

由此还想到“期刊衙门”与“编辑官”。由于体制方面的原因,编辑部门机关化的倾向颇严重,而编辑头们把自己首先当成“官员”而后才是编辑的意识,也很根深蒂固。人们觉得“处级和尚”可笑,局级企业也不妥,殊不知局级处级报刊杂志大约也不那么顺理成章啊!

大概是那个所谓的“官本位”或曰“行政级本位”作祟,刊物升级之风曾经有些洋洋乎盈耳。也是这样一个原因,不仅出现生拉硬扯“空头主编”的事,也还出现了“主编不主”的现象:当主编而不主编务,干吗非要挂这个衔呢?

主编,“是名也,止于是实也”。随着行政机关同企事业的逐渐分开,编辑终究会成为编辑。此前,主编不编与主编不主,首先应当纳入革除之列。一些人一定还要去当“空头主编”而不干实事,不妨赠以孟子的一句话:“先生之志则大矣,先生之号则不可”。

其实,主编挂名,这种杂志原本也不该核准的。从法律角度上思量,不是这样么?

(原载 1988 年 1 月 6 日《新闻出版报》,作者:冯并)

© 1994-2012 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.c