

# ICP-AES 测定铝土矿中低含量氧化钙—酸溶和碱熔 预处理方法比较

潘 钢,肖 静,邹丽萍

(中国地质科学院矿产综合利用研究所,四川 成都 610041)

**摘要:**研究了硝酸-盐酸-高氯酸-氢氟酸酸溶和氢氧化钠碱熔两种测定铝土矿中氧化钙的预处理方法,利用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)进行测定。对熔矿条件、分析谱线和等离子体参数进行讨论,在选定较佳条件下,对铝土矿国家标准物质样品 GBW07179-GBW07182 和 GBW070036 进行测定,并进行加标回收试验,得到该方法对氧化钙的检出限为  $0.0922\mu\text{g}/\text{mL}$ ,回收率在  $92.86\% \sim 104.17\%$  之间,对氧化钙的相对标准偏差( $n=6$ )为  $1.01\% \sim 4.52\%$  之间,该方法对铝土矿中的低含量的氧化钙的测定有很好的效果,并能快速准确得到测试结果。

**关键词:**电感耦合等离子体发射光谱;铝土矿;低含量;氧化钙

doi:10.3969/j.issn.1000-6532.2013.04.015

中图分类号:TD98;0652.4 文献标识码:A 文章编号:1000-6532(2013)04-0057-03

铝土矿是生产金属铝的最佳原料,也是其主要的应用领域,其用量占世界铝土矿总产量的90%以上。随着国家经济的高速发展对铝的需求量的不断加大,相应的对铝土矿的需求量也越来越高。在对铝土矿的选冶处理过程中,氧化钙的指标对铝土矿选冶产品样的级别影响较大<sup>[1]</sup>,高含量的氧化钙一般采用EDTA容量法滴定,但是铝土矿中的氧化钙含量都比较低<sup>[2]</sup>,故需要用有效的方法对铝土矿中低含量的氧化钙做出准确的测定。本文采用酸溶和碱熔两种方法进行前处理,然后用ICP-AES法测定铝土矿中低含量的氧化钙,并对这两种方法得到的数据进行分析。分析结果表明,采用酸溶,ICP-AES法测定铝土矿中的氧化钙,能够得到理想的结果,实现了铝土矿中低含量氧化钙的快速准确测定。

## 1 试验部分

### 1.1 仪器及试剂

仪器:Optima-5300v 电感耦合等离子体发射光谱(美国PerkinElmer公司);所有器皿均用体积分数20%硝酸浸泡6-8h后用超纯水清洗3次备用。

试剂:盐酸,硝酸,氢氟酸,高氯酸;氢氧化钠;过氧化钠;铝土矿国家一级标准物质 GBW07179-GBW07182,GBW070036。

### 1.2 仪器工作条件

高频发射器工作条件为1000W,载气流量控制在0.84~0.89L/Min,辅助器流量为0.2L/Min。观测高度15mm,冲洗时间15s。氧化钙的测定分析线为nm。

### 1.3 样品前处理

(1)酸溶:准确称取0.2g样品于聚四氟乙烯坩埚内,加入10mL盐酸,2.5mL硝酸,5mL氢氟酸和3mL高氯酸,于电热板上加热冒高氯酸烟至小体积,

拿下冷却后加入 5mL 盐酸用少量水冲洗坩埚壁后放在电热板上待盐类溶解后冷却转入 50mL 容量瓶中摇匀待测。

(2) 氢氧化钠碱熔: 准确称取 0.2g 样品于银坩埚中加入少量过氧化钠并称取 4g 氢氧化钠于坩埚内, 置于低温马弗炉中从低温缓慢升温至 500℃ 后拿出摇匀后放回继续升温至 750℃ 熔融 30min, 取出稍冷后置于 100mL 烧杯中用 50mL (1:1) 盐酸提取坩埚冷却后定容于 250mL 容量瓶中待测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 分析谱线

试验对仪器推荐的氧化钙分析线进行扫描, 比较同一元素几条分析线的特点, 同时考虑共存元素的相互干扰, 从中选择灵敏度高, 背景低, 基体对测定不干扰或者干扰尽量小的谱线为分析线。试验选定氧化钙的分析线为 mm。

### 2.2 仪器工作参数

#### 2.2.1 高频发生器功率的选择

改变高频发生器功率, 在仪器工作条件下测定背景等浓度值, 结果表明: 功率越大, 温度越高, 信背比将降低, 导致检出限增高, 降低了检出能力; 采用较低的功率信背比增加, 但基体效应较明显。由于铝土矿中的氧化钙含量都在 1% 以下, 在满足测定条件的前提下选择较低功率以获得较好的检出限。试验选择高频发生器的功率为 1000W。

#### 2.2.2 载气流量选择

改变载气流量, 在一起工作条件下测定背景等效浓度值, 结果表明: 随着载气流量增加, 溶液喷雾量及气溶胶数量增大, 待测物在等离子体中通道停留时间减少; 当载气流量为 0.85L/min 时, 氧化钙信背比较高, 试验选择气流量为 0.85L/min。

#### 2.2.3 观测高度的选择

改变观察的高度, 在仪器工作条件下测定背景等效浓度值, 结果表明: 观测高度的增加, 光源背景发色强度减弱, 当观测高度为 13mm 时, 光源背景发射强度最弱, 试验选择观测高度为 13mm。

### 2.3 前处理方法的选择及方法精密度和准确度

按照两种前处理方法对国家标准样品用相同的仪器条件进行品行测定 6 次, 对所得数据进行比较

结果见表 1, 并对国家标准样品进行加标回收试验结果见表 2。

表 1 标准样品进行酸溶和碱熔结果

Table 1 Comparison analytical results of CaO with the methods of acid dissolution and alkali fusion

| 样品<br>编号  | 标准值<br>/10 <sup>-2</sup> | 酸溶平均<br>值/10 <sup>-2</sup> | RSD/%<br>(N=6) | 碱熔平均<br>值/10 <sup>-2</sup> | RSD/%<br>(R=6) |
|-----------|--------------------------|----------------------------|----------------|----------------------------|----------------|
| GBW07179  | 0.17                     | 0.16                       | 1.01           | 0.11                       | 1.96           |
| GBW07180  | 0.12                     | 0.12                       | 2.32           | 0.06                       | 3.21           |
| GBW07181  | 0.14                     | 0.13                       | 1.98           | 0.08                       | 2.98           |
| GBW07182  | 0.16                     | 0.16                       | 2.65           | 0.09                       | 3.66           |
| GBW070036 | 0.18                     | 0.17                       | 3.65           | 0.10                       | 4.521          |

表 2 方法回收率

Table 2 Recovery test of the method

| 样品<br>编号  | 测定值<br>/% | 加入量<br>/% | 测定总值<br>/% | 回收率<br>/% |
|-----------|-----------|-----------|------------|-----------|
| GBW07179  | 0.17      | 0.10      | 0.26       | 92.86     |
| GBW07180  | 0.12      | 0.10      | 0.21       | 95.45     |
| GBW07181  | 0.14      | 0.10      | 0.25       | 104.17    |
| GBW07182  | 0.16      | 0.10      | 0.26       | 100       |
| GBW070036 | 0.18      | 0.10      | 0.28       | 100       |

由表 1 可以看出测定结果的相对标准偏差 (RSD) 在 1.01% ~ 4.52% 之间, 碱熔处理进行测定的结果明显低于标准值, 而酸溶的试样的结果与标准值基本相符, 表 2 数据显示方法回收率在 92.86% ~ 104.17% 之间。

## 3 结 论

应用电感耦合等离子体发射光谱法测定铝土矿中低含量的氧化钙, 采用常规的硝酸-盐酸-高氯酸-氢氟酸酸溶法和 NaOH 碱熔法对样品进行预处理。并对这两种方法的对比分析, 结果表明用酸溶体系的结果更加准确可靠。方法检出限为 0.0922ug/mL, 灵敏度高, 准确度好, 具有分析实用价值, 也可为其他岩石样品中低含量氧化钙的测定提供借鉴意见。

### 参考文献:

- [1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析: 第一分册 (第三版) [M] 北京: 地质出版社, 1991.
- [2] 贺文燕, 黄建国. 原子吸收分光光度法测定钡冕光学玻璃中的氧化钙 [J]. 分析化学: 1981, 2(9): 244-246.

(下转 62 页)