

次灵敏线-火焰原子吸收光谱法连续测定 高品位矿石中的铜铅锌量

张 华, 司得勇

(武警黄金第八支队, 乌鲁木齐 830057)

[摘 要] 分别以铜 327.4 nm 和 249.2 nm、铅 283.3 nm 和 261.4 nm、锌 307.6 nm 次灵敏线为分析线, 火焰原子吸收光谱法测定了高品位矿石中铜、铅、锌的含量。考察了高品位矿石基体及主要杂质的干扰情况, 结果表明, 铜、锌质量浓度小于 2 mg/ml 时, 对铅的测定无干扰; 铅质量浓度小于 2 mg/ml 时, 对铜测定无干扰, 其质量浓度小于 0.5 mg/ml 时, 对锌测定无干扰; 测定溶液中主要杂质铁、钴、镍、钙、镁质量浓度在 1 mg/ml, 铝、硅质量浓度在 0.2 mg/ml 对测定无干扰。铜铅锌的质量浓度分别在 0 ~ 1000 μ g/ml 范围内呈良好的线性关系。方法的精密度 (RSD, $n=5$) 小于 5%, 加标回收率在 98.91% ~ 101.08%, 测定铜铅锌矿石国家标准物质, 结果与标准值相符。

[关键词] 次灵敏线 火焰原子吸收光谱法 铜 铅 锌 高品位矿石

[中图分类号] P618.51 [文献标识码] A [文章编号] 0495-5331 (2010) 增刊-1282-06

Zhang Hua, Si De-yong. Continuous measurements of copper, lead and zinc content in high-grade ore samples by the flame atomic absorption spectrometry with hyposensitive lines [J]. *Geology and Exploration*, 2010, 46 (Supp.): 1282-1287.

0 引言

分析方法选择的基本原则是分析方法与样品含量、基体相匹配 (地质矿产实验室测试质量管理规范, 2006)。国家标准方法对于地球化学样品中的铜、铅、锌通常使用 ICP-OES、ICP-MS 法进行测定 (叶家瑜等, 2004), 一般铜、铅、锌矿石样品 (铜铅含量 < 1.0%, 锌含量 < 0.5%) 使用火焰原子吸收法单独取样进行测定, 高品位铜、铅、锌矿石则采用容量法进行测定 (岩石和矿石测试规程, 1993; 铜矿石、铅矿石、锌矿石化学分析方法, 1993)。

在日常样品测试工作中, 简便、准确、快速历来是地质样品分析工作者追求的目标, 仪器分析因其突出的优势而逐渐占主导地位。所以一般矿石样品选择火焰原子吸收法较为广泛, 尤其是一次性取样前处理进行铜、铅、锌的连续测定方法已有报道 (张耀春, 2003; 潘自平, 2003; 徐进力等, 2010)。但遇到含量较高的样品, 由于稀释倍数过大, 测量结果偏差

大, 而不得不使用准确度高的经典容量法进行测定。经典容量法的不足是分析周期长、操作不易掌握, 尤其是大批量样品难以迅速取得测量结果。因此, 笔者选择次灵敏线火焰原子吸收法测定样品中高含量铜、铅、锌元素, 扩大了工作曲线线性范围, 避免了稀释倍数过大, 造成基体和本底空白与原溶液发生较大变化对测定产生的影响, 以及稀释体积误差对测定的影响, 提高了分析结果的准确性。通过国家标准物质测定和加标回收率实验, 方法的精密度和准确度达到规范要求, 并用碘氟容量法测铜、EDTA 容量法测铅和锌进行不同方法比对, 比对结果相对偏差符合规范要求。本法无需预先分离或多次稀释, 无需三次取样进行样品前处理分别测定铜、铅、锌元素, 较经典容量法简便、快速, 且生产成本和人员劳动强度低, 已用于实际生产测试中。

1 试验部分

1.1 主要试剂

铜标准溶液 (5 mg/ml 和 1 mg/ml): 分别准确称

[收稿日期] 2010-10-25; [修订日期] 2010-11-20; [责任编辑] 郝情情。

[第一作者] 张 华 (1970 年-), 女, 1990 年毕业于长春冶金地质专科学校, 分析测试高级工程师, 主要从事岩石矿物分析工作。E-mail: xjzhanghua@163.com。

取 5.0000g 和 1.0000 g 纯金属铜箔(99.999%),置于 250ml 烧杯中,加入 1+1 硝酸 30ml,盖上表面皿置于电热板上低温溶解后,加入 1+1 硫酸 10ml,继续蒸发至冒白烟。取下冷却后,加水溶解,移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。100μg/ml 的铜标准工作液用 1mg/ml 的铜标准溶液稀释,介质为 5% 的硝酸。铅标准溶液(5mg/ml 和 1mg/ml):分别准确称取 5.0000g 和 1.0000 g 纯金属铅粒(99.99%),置于 250ml 烧杯中,加入 1+1 硝酸 20ml,盖上表面皿置于电热板上低温溶解后,冷却,以水定容至 1000ml。100μg/ml 的铅标准工作液用 1mg/ml 的铅标准溶液稀释,介质为 5% 的硝酸。

锌标准溶液(5mg/ml 和 1mg/ml):分别准确称取 5.0000g 和 1.0000 g 纯金属锌粒(99.99%),置于 250ml 烧杯中,加入 1+1 盐酸 20ml 微热溶解后,冷却,以水定容至 1000ml。10μg/ml 的锌标准工作液用 1mg/ml 的锌标准溶液稀释,介质为 5% 硝酸。

HCl、HNO₃、HClO₄ 为分析纯;实验用水为去离子水。

1.2 仪器及工作参数

控温电热板;铜、铅、锌空心阴极灯(上海曙光明公司);Z-2000 型偏振塞曼原子吸收分光光度计(日本日立公司),仪器工作参数见表 1,其它参数均为:燃烧器高度 7.5mm,塞曼背景校正,时间常数 1s,延迟时间 1s,测量时间 1s,峰面积积分。

表 1 火焰原子吸收仪器工作参数
Table 1 Operation parameters of FAAS

分析元素	波长 (nm)			灯电流 (mA)	狭缝 (nm)	乙炔流量 L/min	空气流量 L/min
Cu	324.8	327.4	249.2	4.0	1.3	1.2	15.0
Pb	217.0	283.3	261.4	6.0	0.4	1.6	15.0
Zn	213.9	307.6		4.0	1.3	1.2	15.0

1.3 实验方法

1.3.1 样品处理

准确称取 0.1000g 试样于 100ml 烧杯中,用水润湿,加入浓 HCl 15~20ml,盖上表面皿在电热板上低温分解 20~30min,再加入浓 HNO₃5ml,继续加热分解,蒸至近干(如样品有黑色残渣或较难溶,要补加 1~2ml HClO₄ 分解完全,然后加热至冒白烟),取下冷却。加入 1+1 HNO₃5ml,用水冲洗杯壁,然后置于电热板上加热至沸溶解盐类。冷却后移入 50ml 比色管中用水稀释至刻度,摇匀,澄清后与标准系列同测,同时做空白实验。

1.3.2 工作曲线

为提高测定准确度,工作曲线按数量级分段配制。铜、铅、锌标准系列 1 的浓度为 0、0.5、1.0、2.0、3.0、5.0、7.0、10.0μg/ml,锌标准系列 1 的浓度为:0、0.25、0.5、1.0、1.5、2.0μg/ml;铜、铅标准系列 2 的浓度为 0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0μg/ml;铜、铅、锌标准系列 3 的浓度为 0.0、20.0、40.0、60.0、80.0、100.0、150.0μg/ml;铜、铅、锌标准系列 4 的浓度为 0、100、200、300、400、500、600、800、1000μg/ml,溶液介质均为 5% 的 HNO₃。根据样品大致含量情况,选择合适的标准系列建立工作曲线,然后对试样溶液进行测定。

2 结果与讨论

2.1 次灵敏线的选择

火焰原子吸收分析通常使用最灵敏线(亦称共振吸收线)作为分析线,以获得较高的测定灵敏度和精密度,但其校正曲线的动态范围通常较窄。这是因为当待测元素浓度较高时,吸收线产生热变宽和压力变宽,使锐线光源的共振线的中心波长与共振吸收线的中心波长错位,使吸光度减小,造成工作曲线向浓度坐标弯曲(刘珍,2007)。如:铜、铅、锌的灵敏线为 324.8nm、217.0nm、213.9nm,铜、铅质量浓度在 0.5~10μg/ml 范围内,锌质量浓度在 0~1.0μg/ml 范围内线性良好,就是在旋转燃烧头降低测量灵敏度的情况下,铜、铅质量浓度也仅在 0~25μg/ml 范围内、锌质量浓度在 0~2.0μg/ml 范围内线性良好。日常工作中最高可以测定 5.00% 左右的铜、铅样品,0.50% 左右的锌样品。

因此本实验选择次灵敏线作为分析线,获得较宽的工作曲线的动态范围(胡珊玲等,2009),以分析高含量的铜、铅、锌样品。根据《原子吸收光谱分析》(邓勃等,2004)和仪器应用程序中推荐的多条特征谱线,首先在选定的特征波长下观察灯光谱和强度,如其附近有干扰线,在改变光谱通带的情况下也分不开,则不选用。然后通过测定不同的标准系列,分析和比较其吸光值、曲线线性相关系数、曲线斜率,越大者则测试结果的精度越高。最终在多条分析线中选择铜 327.4nm 和 249.2nm、铅 283.3nm 和 261.4nm、锌 307.6nm 为本实验分析线。

2.2 工作曲线的线性范围和检出限

由于测定样品中铜、铅、锌含量较高,配制了三元素的混合标准溶液与单元素标准溶液,分别制作的工作曲线进行差异性比较。实验表明,铅质量浓

度大于 500μg/ml 时,混合标准系列所测定锌工作曲线的线性与相同浓度的单元素标准系列不重合,混合标准系列中铅质量浓度大于 500μg/ml 时,锌的吸光值偏低,曲线弯曲,表明铅含量高时对锌测定

有干扰。除此之外,在有与没有其它元素共存时制作的校准曲线是重合的,表明共存元素铜、铅、锌互相不干扰测定。通过实验测定的各元素在不同分析线条件下的工作曲线线性范围及检出限见表 2。

表 2 工作曲线线性范围及检出限
Table 2 Linear ranges of calibration curves and detection limits

元素	波长 (nm)	线性范围 ρ(B)/(μg/ml)	样品测量范围(%)	线性方程	相关系数	检出限(μg/ml)
Cu	324.8	0.5 ~ 10	0.010 ~ 0.50	A=0.00019+0.021ρ	1.0000	0.03
	327.4	2 ~ 25	0.10 ~ 2.00	A=0.0016+0.0077ρ	0.9999	0.18
	249.2	20 ~ 150	1.00 ~ 10.00	A=0.00056+0.00071ρ	1.0000	0.36
		100 ~ 1000	5.00 ~ 50.00	A=0.0012+0.00065ρ	0.9997	1.15
Pb	217.0	0.5 ~ 10	0.01 ~ 0.50	A=0.0016+0.014ρ	0.9999	0.05
	283.3	2 ~ 25	0.10 ~ 2.00	A=0.00046+0.0069ρ	0.9996	0.11
	261.4	20 ~ 150	1.00 ~ 10.00	A=0.000022+0.00024ρ	1.0000	1.16
		100 ~ 1000	5.00 ~ 50.00	A=0.0025+0.00021ρ	0.9996	2.67
Zn	213.9	0.05 ~ 2.0	0.0005 ~ 0.50	A=0.0019+0.20ρ	0.9995	0.005
	307.6	20 ~ 150	1.00 ~ 10.00	A=0.000061+0.000061ρ	0.9998	3.30
		100 ~ 1000	5.00 ~ 50.00	A=0.000013+0.000059ρ	0.9999	4.62

2.3 其它干扰元素的影响

测定铜元素时,样品中可能含有的干扰元素 Fe、Co、Ni、Mo、W、Cd、Bi 含量小于 2 mg/ml, Ca、Mg、Mn 含量小于 0.8 mg/ml, V、Al、K、Na、Ti 含量小于 0.5 mg/ml, Ba、Cr、Si 含量小于 0.2 mg/ml, As 含量小于 0.2 mg/ml, Ag 含量小于 20μg/ml 时,对测定无影响。

测定铅元素时,样品中可能含有的干扰元素 Fe、Sn、Mo、Bi 含量小于 2.5 mg/ml, Co、Ni、K、Na、Sb、Sr、V、Cd 含量小于 1.0mg/ml, Ca、Mg 含量小于 0.5 mg/ml, Ba、Cr、Si、Ti、As、Mn、Al 含量小于 0.2 mg/ml,对测定无影响。

测定锌元素时,样品中可能含有的干扰元素 Fe、Cd、Bi 含量小于 1.0 mg/ml, Co、Ni 含量小于 10mg/ml,含量小于 0.5 mg/ml,、K、Na、Ca、Mg、Sb、V、Cr、Ti、As、Mn、Al、Mo 含量小于 0.5 mg/ml,对测定无影响。

由此可见原子吸收法具有良好的选择性,干扰元素无需掩蔽、分离即可直接测定。如采用 HCl、HNO₃、HF、HClO₄ 溶矿则样品分解得更完全,同时避免高含量 Si 对测定的干扰(薛光荣,2001)。

2.4 酸的选择和用量

测定溶液中不同的阴离子产生的化学干扰对测定元素原子化的影响是不同的,通常影响的次序是 PO₄³⁻>SO₄²⁻>Cl⁻>NO₃⁻>ClO₄⁻(孙淑媛等,1990)。考虑

到强氧化性酸对雾化室和燃烧狭缝的腐蚀,影响仪器使用寿命;以及同一溶液连续测定铜、铅、锌元素,高含量铅可能与 Cl⁻ 形成沉淀影响测定,因此选择硝酸控制溶液酸度。如果仅测铜、锌元素,也可选择盐酸控制溶液酸度。

选择溶液酸度 1%、2%、3%、5%、7%、10% 测定溶液吸光值,实验表明溶液酸度控制在 2% ~ 10%,对测定无影响。由于测定样品铜铅锌含量较高,考虑到酸度越大,溶液的稳定性越好,实验选择测试溶液酸度为 5%。

2.5 溶液澄清时间的影响

由于溶液定容后是混浊的,很快进行测定易堵塞进样毛细管。根据实验观察,溶液不澄清,测定背景值高,测定结果精密度差。选择 2、4、6、8、10 小时进行澄清实验,实验表明溶液澄清 4 小时以上,测量背景值低,测量结果稳定。也有资料推荐在定容前的溶液中加入 3ml 200g/l 的 PEG-4000(聚乙二醇-4000),经 2.5 小时澄清即可进行测定,且对测定无干扰,提高了分析效率(王洪波等,2007)。

2.6 回收率

为了验证方法的准确性,取标准物质 GBW07163、GBW07286 按实验方法进行处理,在选择的条件下进行加标回收实验。表 3 结果表明,回收率在 98.91 ~ 101.08%,符合《地质矿产实验室测试质量管理规范》中回收率允许限要求(95 ~

105%)。

2.7 方法的精密度和准确度

准确称取国家标准物质 GBW07163、GBW07164、GBW07165、GBW07287,按照实验方法及选择的条件进行测定。由表 4 结果可见,方法的精密度(RSD, n = 5) 小于 5% ,测定值与标准值相符。

2.8 样品分析

选取含量较高的铜精矿、铅精矿、锌精矿按照实

验方法及选择的条件测定。由表 5 结果可见,容量法与本法之间的铜、铅、锌测定结果一致,其相对偏差均符合规范要求。同时也可看到,铅含量较高时,同一体系锌的测定结果会偏低。

选取三个井矿区的高含量铅样品、老山口矿区的高含量铜样品使用容量法、一般原子吸收稀释方法、次灵敏线原子吸收法进行测定,并将三种方法的测定结果与外检结果进行比较,并评估测试质量,结果见表 6 和表 7。

表 3 回收率试验结果(n=3)

Table 3 Results of recovery rate test

元素	GBW07163				GBW 7286			
	标准值(mg)	加入量(mg)	测定值(mg)	回收率(%)	标准值(mg)	加入量(mg)	测定值(mg)	回收率(%)
Cu	1. 05	10. 00	10. 99	99. 46	0. 22	10. 00	10. 33	101. 08
			10. 93	98. 91			10. 22	100. 00
			11. 11	100. 54			10. 24	100. 20
Pb	2. 17	5. 00	7. 19	100. 28	1. 27	5. 00	6. 32	100. 81
			7. 22	100. 70			6. 33	100. 97
			7. 17	100. 00			6. 29	100. 26
Zn	4. 26	5. 00	9. 25	99. 89	2. 51	5. 00	7. 58	100. 93
			9. 35	100. 97			7. 46	99. 33
			9. 26	100. 00			7. 48	99. 60

表 4 方法的精密度和准确度试验(n=5)

Table 4 Test of precision and accuracy of the method

国家标准物质编号	Cu			Pb			Zn		
	测定值	标准值	RSD	测定值	标准值	RSD	测定值	标准值	RSD
	$\omega(\text{Cu})/10^{-2}$	$\omega(\text{Cu})/10^{-2}$	(%)	$\omega(\text{Pb})/10^{-2}$	$\omega(\text{Pb})/10^{-2}$	(%)	$\omega(\text{Zn})/10^{-2}$	$\omega(\text{Zn})/10^{-2}$	(%)
GBW07163	1. 05±0. 02	1. 05±0. 03	3. 93	2. 16±0. 02	2. 17±0. 07	1. 32	4. 26±0. 02	4. 26±0. 15	0. 98
GBW07164	2. 81±0. 02	2. 80±0. 09	1. 10	0. 056±0. 001	0. 056±0. 005	3. 34	0. 156±0. 002	0. 143±0. 006	2. 52
GBW07165	0. 093±0. 001	0. 096±0. 007	2. 15	5. 16±0. 03	5. 13±0. 08	1. 28	13. 95±0. 06	13. 90±0. 20	0. 91
GBW07287	0. 025±0. 001	0. 028±0. 003	4. 90	3. 36±0. 02	3. 38±0. 07	0. 83	6. 28±0. 03	6. 20±0. 09	1. 06

表 5 样品分析结果(n=5)

Table 5 Analytical results of samples

样品编号	Cu			Pb			Zn		
	测定值	对比值	相对偏差	测定值	对比值	相对偏差	测定值	对比值	相对偏差
	$\omega(\text{Cu})/10^{-2}$	$\omega(\text{Cu})/10^{-2}$	(%)	$\omega(\text{Pb})/10^{-2}$	$\omega(\text{Pb})/10^{-2}$	(%)	$\omega(\text{Zn})/10^{-2}$	$\omega(\text{Zn})/10^{-2}$	(%)
铜精矿	24. 05	24. 20 *	0. 62	0. 038	0. 040	5. 00	0. 052	0. 057	8. 78
铅精矿	0. 027	0. 028	3. 57	57. 34	57. 10 *	0. 42	3. 12	3. 30 *	5. 45
锌精矿	0. 138	0. 138	0. 00	1. 45	1. 44 *	0. 69	52. 82	52. 70 *	2. 28

注:表 3、4、5、6、7 中测定值为武警黄金八支队实验室 2009 年 10 月测定,标准值为廊坊物化探研究所国家标准物质研制中心 2002 年定值,外检测定值和对比值均由新疆有色测试中心测定,测定时间为 2008 年 7 月、2009 年 11 月,打 * 号数据为容量法测定值。由表 6 结果可见,容量法、次灵敏线原子吸收法测定结果与外检结果一致,其相对偏差均符合规范要求,质量等级均为良好以上;一般原子吸收法高倍数稀释测定结果质量较差,不符合规范要求。

表 6 三个井铅矿样品方法对照试验结果

Table 6 Comparison of analysis results of lead-ore samples from Sangejing with different methods

样品 编号	测定结果 $\omega(\text{Pb})/10^{-2}$							
	外检 测定值	容量法		一般原子吸收法			次灵敏线原子吸收法	
		测定值	质量分数评估	测定值	稀释倍数	质量分数评估	测定值	质量分数评估
20044006	13.77 *	13.73	优秀	14.42	25 倍	合格	13.60	优秀
20043344	12.26 *	12.07	优秀	11.38	25 倍	不合格	12.15	优秀
20043952	26.38 *	26.61	优秀	27.00	50 倍	合格	26.80	良好
20043984	22.53 *	22.80	优秀	23.50	50 倍	不合格	22.30	优秀
20043985	38.89 *	38.85	优秀	37.82	50 倍	合格	39.00	优秀
20043986	28.29 *	28.11	优秀	29.40	50 倍	不合格	28.50	优秀
20043988	24.05 *	24.16	优秀	24.80	50 倍	合格	24.30	优秀
20043991	22.20 *	22.11	优秀	22.92	50 倍	合格	22.02	优秀
20044004	17.64 *	17.35	良好	16.90	25 倍	合格	17.28	良好
20052656	33.18 *	33.37	优秀	34.62	50 倍	不合格	33.85	良好

由表 7 结果可见,一般原子吸收法稀释倍数在 10 倍以下时,测定结果虽大多存在偏高现象,但与次灵敏线原子吸收法测定结果的相对偏差均符合规范要求,质量等级均为良好以上,说明稀释倍数不超过 10 倍,测定结果是可靠的。

表 7 老山口铜矿样品方法对照试验结果

Table 7 Comparison of analysis results of copper ore samples from the Laoshankou with different methods

样品编号	一般原子吸收法 $\omega(\text{Cu})/10^{-2}$		次灵敏线原子吸收法 $\omega(\text{Cu})/10^{-2}$	
	测定值	稀释倍数	测定值	质量分数评估
20097511	1.22	5 倍	1.17	优秀
20097512	3.50	10 倍	3.40	优秀
20097513	1.60	5 倍	1.65	优秀
20097516	1.77	5 倍	1.66	良好
20097522	2.93	10 倍	2.83	良好
20097525	1.30	5 倍	1.25	优秀
20097526	2.64	10 倍	2.52	良好
20097527	3.22	10 倍	3.05	良好
20097532	1.66	5 倍	1.60	优秀

3 结语

整个样品处理过程与一般矿石样品处理方法相同,只是在测定过程中选择不同波长的特征谱线,使用不同范围的工作曲线,即可完成低、中、高含量的铜铅锌样品准确测量,避免了稀释或更换方法带来的繁琐操作,降低了人员劳动强度。需要注意的是,

高含量样品溶解过程中易对低含量样品或空白发生污染,因此溶样过程中应盖表面皿,蒸至近干时,温度不可过高,防止喷溅污染。

[References]

Deng Bo,He Hua-kun. 2004. Atomic absorption spectrometry[M]. Beijing:Chemical Industry Press;42-44,169 (in Chinese)

DZ/T0130.1-2006. The specification of testing quality management for geological laboratories[S]. Beijing: Standards Press of China;5 (in Chinese)

DZG93-01. Rock and ore testing procedures [S]. Beijing: Geological Publishing House;8-38 (in Chinese)

GB/T14353.1-1993. Chemical analysis of Copper ore [S]. Beijing: Standards Press of China;5-15 (in Chinese)

GB/T14353.2-1993. Chemical analysis of lead ore [S]. Beijing:Standards Press of China;3-10 (in Chinese)

GB/T14353.3-1993. Chemical analysis of zinc ore [S]. Beijing:Standards Press of China;3-9 (in Chinese)

Hu Shan-ling,Xue Jun,Zhang Xiao-lian. 2009. Determination of magnesium in rare earth-magnesium intermediate alloy by atomic absorption spectrometry with hyposensitive line[J]. Metallurgical Analysis, 29(5):77-80 (in Chinese with English abstract)

Liu Zhen. 2007. Laboratory technician reading (Instrumental Analysis) [M]. Beijing:Chemical Industry Press;219-221,236 (in Chinese)

Pan Zi-ping. 2003. Determination of silver, copper, lead and zinc in the Samples of Geochemical Prospecting by flame atomic absorption spectrometry[J]. Guizhou Geology,20(3):46-48 (in Chinese with English abstract)

Sun Shu-yuan,Sun Lin-gao,Yin Qi-xi,Fu Bin. 1990. Non-ferrous metal and ores analysis handbook [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press;24-25,59-62,65-67 (in Chinese)

Wang Hong-bo,Wang Yong. 2007. Continous determination of copper, lead and zinc in ore samples by atomic absorption spectrometry with

polyethylene glycol as a rapid clarifier[J]. Rock and mineral analysis,26(2):167-168(in Chinese with English abstract)

Xu Jin-li,Xing Xia,Zhang Qin,Bai Jin-feng. 2010. Direct determination of silver, copper, lead and zinc in copper ores by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry[J]. Rock and mineral analysis,29(4):377-382(in Chinese with English abstract)

Xue Guang-rong. 2001. A survey of chemical Interference among the atomic absorption spectrometry analysis and its dispelling methods [J]. Shanghai Measurement and Testing,25(1):33-35

Ye Jia-yu,Jiang Bao-lin. 2004. Regional geochemical exploration method for sample analysis[M]. Beijing: Geological Publishing House;29-56(in Chinese)

Zhang Yao-chun. 2003. Continuous determination of copper, lead, iron, cadmium and nickel in bismuth and bismuth oxide ore samples by atomic absorption spectrometry [J]. Rock and mineral analysis, 22(1):70-72(in Chinese with English abstract)

[附中文参考文献]

DZ/T0130. 1. 2006. 地质矿产实验室测试质量管理规范[S]. 北京: 中国标准出版社;5

DZG93-01 1993. 岩石和矿石测试规程[S]. 北京:地质出版社;8-38

GB/T14353. 1-1993. 铜矿石化学分析方法[S]. 北京:中国标准出版社;5-15

GB/T14353. 2-1993. 铅矿石化学分析方法[S]. 北京:中国标准出版

社;3-10

GB/T14353. 3-1993. 锌矿石化学分析方法[S]. 北京:中国标准出版社;3-9

邓 勃,何华焜. 2004. 原子吸收光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社;42-44,169

胡珊玲,薛 君,张小联. 2009. 次灵敏线火焰原子吸收光谱法测定稀土-镁中间合金中镁[J]. 冶金分析,29(5):77-80

刘 珍. 2007. 化验员读本(仪器分析)[M]. 北京:化学工业出版社:219-221,236

潘自平. 2003. 火焰原子吸收法测定化探样品中的银铜铅锌[J]. 贵州地质, 20(3):46-48

孙淑媛,孙龄高,殷齐西,符 斌. 1990. 矿石及有色金属分析手册 [M]. 北京:冶金工业出版社;24-25,59-62,65-67

王洪波,王 勇. 2007. 聚乙二醇快速澄清原子吸收光谱法连续测定矿石中铜铅锌[J]. 岩矿测试, 26(2):167-168

徐进力,邢 夏,张 勤,白金峰. 2010. 电感耦合等离子体发射光谱法直接测定铜矿石中银铜铅锌[J]. 岩矿测试, 29(4):377-382

薛光荣. 2001. 原子吸收光分析中化学干扰及消除方法的研究[J]. 上海计量测试,28(1):33-35

叶家瑜,江宝林. 2004. 区域地球化学勘查样品分析方法[M]. 北京:地质出版社;29-56

张耀春. 2003. 原子吸收法连续测定铋及氧化铋中铜铅铁镉镍[J]. 岩矿测试, 22(1):70-72

Continuous Measurements of Copper, Lead and Zinc Content in Ore Samples by the Flame Atomic Absorption Spectrometry With Hyposensitive Lines

ZHANG Hua, SI De-yong
(Gold Geological Party No. 8 of CAPF, Urumqi 830057)

Abstract:The content of copper, lead and zinc in high-grade ore samples was measured by the flame atomic absorption spectrometry with the hyposensitive lines of copper (327.4 nm and 249.2nm), lead (283.3 nm and 261.4nm) and zinc(307.6nm) as the analytical lines, respectively. The interferences of matrix and major impurities in these samples were examined. The results show that when the mass concentrations of copper and zinc are less than 2mg/ml, they had no interference on the determination of lead. When the mass concentration of lead was less than 2mg/ml, it had no interference on the determination of copper. And as the mass concentration of lead was less than 0.5mg/ml, it had no interference on the determination of zinc; When the mass concentrations of major impurities including iron, cobalt, nickel, calcium and magnesium were less than 1mg/ml, silicon and aluminum were less than 0.2mg/ml, they had no interference on the determination of copper, lead and zinc. The linearity range of copper, lead and zinc was 0 ~ 1000μg/ml. The precision of the method was less than 5% (RSD, n=5), and the recovery rates of the method for the elements were in the range of 98.91% ~ 101.08%. The method has been applied to the determination of copper, lead and zinc in high-grade ore samples meeting the national standards, and the results are in agreement with certified values.

Key words:hyposensitive line, flame atomic absorption spectrometry, copper, lead, zinc, high-grade ore sample