

# ICP-AES法测定载金树脂物料中 铝、镁、锰、锶的含量

陈俊蕾, 朱丽, 陈婷婷, 刘俊, 关明\*  
(新疆师范大学化学化工学院, 新疆乌鲁木齐 830054)

**摘要:**建立载金树脂物料中的铝、镁、锰、锶4种元素的分析检测方法。采用盐酸-硝酸-氢氟酸加热体系对试样进行溶解, 并通过电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定铝、镁、锰、锶元素的含量。实验结果表明, 20 g/t的载金树脂物料中铝、镁、锰、锶元素的质量分数分别为4 014、1 802、193.5、109.5  $\mu\text{g/g}$ 。精密度的相对标准偏差为1.07%~3.29%, 加标回收率为95.00%~104.40%。该方法快速、准确、稳定, 适用于载金树脂物料中铝、镁、锰、锶元素的测定。

**关键词:** ICP-AES法; 载金树脂物料; 酸溶法

中图分类号: O657

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2016)08-0197-03

DOI: 10.16606/j.cnki.issn.0253-4320.2016.08.048

## Determination of the content of aluminum, magnesium, manganese and strontium in gold-loaded resin materials by ICP-AES

CHEN Jun-lei, ZHU Li, CHEN Ting-ting, LIU Jun, GUAN Ming\*

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Xinjiang Normal University, Urumqi 830054, China)

**Abstract:** An analytical method for determination of the content of aluminum, magnesium, manganese and strontium in gold-loaded resin materials is established in this study. The samples are firstly dissolved in hydrochloric acid-nitric acid-hydrofluoric acid system under heating. Then, inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES) is used to determine the content of aluminum, magnesium, manganese and strontium. The results show that the mass fraction of aluminum, magnesium, manganese and strontium in 20 g/t of gold-loaded resin materials are 4 014, 1 802, 193.5 and 109.5  $\mu\text{g/g}$ , respectively. The relative standard deviation of precision experiment is 1.07% - 3.29% and the recoveries is 95.00% - 104.40%. This method is rapid, accurate, stable and suitable for the determination of aluminum, manganese, magnesium and strontium in gold-loaded resin material.

**Key words:** ICP-AES; gold-loaded resin materials; acid-dissolution method

近年来, 中亚各国在提取黄金的过程中生产出一些副产物, 以“树脂”等名义出口, 频繁出现在新疆维吾尔自治区的各个口岸, 最终, 这些初级冶炼或粗加工的树脂类混合矿物被确定为“载金树脂物料”<sup>[1]</sup>。

目前, 黄金的提炼大多是在加工锌和铜的过程中采用树脂矿浆提金工艺进行<sup>[2]</sup>, 提取黄金后的树脂物料中含有许多离子和杂质, 包括银、铂等贵重金属, 铝、镁、锰、锶等有价值成分, 及铅、镉、汞、砷等有害物质<sup>[2]</sup>。载金树脂物料中的铝、镁、锰、锶4种元素, 不仅可作添加剂、精炼剂<sup>[3]</sup>, 还可用作制备复合材料<sup>[4-8]</sup>, 具有抗拉伸、耐腐蚀、降噪音、电磁波屏蔽等多项优越的性能, 成为当今工业化生产中必不可少的材料。关于铝、镁、锰、锶等元素的分析检测, 目前主要采用的技术方法有原子吸收光谱法<sup>[9]</sup>、原子发射光谱法<sup>[10]</sup>、质谱法<sup>[11-13]</sup>、电感耦合等离子体原子发射光谱法<sup>[14-15]</sup>等, 但尚未见有关载金树脂物料

中铝、镁、锰、锶4种元素的分析检测报道。

为了满足进口口岸对载金树脂物料中有价值成分的分析检测要求, 笔者采用ICP-AES法测定载金树脂物料中的铝、镁、锰、锶的含量, 并进行了方法学考察。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

IRIS ADVANTAGE全谱直读等离子体光谱仪, 美国热电仪器公司生产。

铝标准储备溶液: 1 000  $\mu\text{g/mL}$ , GSB G 62006—90(1301), 国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院生产(批号14081812); 镁标准储备溶液: 1 000  $\mu\text{g/mL}$ , GBW(E)080126, 中国计量科学研究院生产(批号13094); 锰标准储备溶液: 100  $\mu\text{g/mL}$ , GSB G 62043—90(5101), 国家钢铁材料测试中心钢铁研

收稿日期: 2016-02-01

基金项目: 国家质检总局项目(2013IK021)

作者简介: 陈俊蕾(1993-), 女, 硕士生, 主要从事仪器分析新方法的研究, 1848798340@qq.com; 关明(1974-), 男, 博士, 教授, 硕士生导师, 主要从事仪器分析新方法的研究, 通讯联系人, guanm@xjnu.edu.cn。

究总院生产(批号 11032272); 镱标准储备溶液: 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , GBW(E)080242, 中国计量科学研究院生产(批号 12101); 氢氟酸(批号 4012): 优级纯, 西陇化工股份有限公司生产; 盐酸(批号 20140106): 优级纯, 西安化学试剂厂生产; 硝酸(批号 20140117): 优级纯, 国药集团化学试剂有限公司生产; 实验用水为二次去离子水。

## 1.2 仪器工作条件

仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

输出功率/ W	雾化器压力 PSI	辅助气/(L· min <sup>-1</sup> )	进样清洗时间/ s	积分时间/s 短波长 长波长	蠕动泵 转速/(r· min <sup>-1</sup> )	提升 量/mL
1150	30.1	0.5	40	15 10	100	1.85

## 1.3 分析线的选择

对铝、镁、锰、镱 4 种元素同时进行多条特征谱线测定, 选择共存元素谱线干扰少、背景低、灵敏度高、精密度好和信噪比高的谱线作为分析谱线, 最终, 分别选择 309.271、279.553、259.373、421.552 nm 作为铝、镁、锰、镱 4 种元素的分析谱线。

## 1.4 标准溶液的制备

依次取不同体积的 1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  Al、Mg 标准储备溶液和 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  Mn、Sr 标准储备溶液于 100 mL 的容量瓶中, 用去离子水定容, 配制不同质量浓度的标准溶液, 如表 2 所示。

表 2 标准溶液的制备

元素	储备液质量浓度/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	选取体积/mL	标准溶液质量浓度/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )
Al	1000	0.00, 0.05, 1.00,	0.00, 2.00, 4.00,
		0.15, 0.20, 0.25	6.00, 8.00, 10.0
Mg	1000	0.00, 0.025, 0.05,	0.00, 1.00, 2.00,
		0.075, 0.1, 0.125	3.00, 4.00, 5.00
Mn	100	0.00, 0.075, 0.15,	0.00, 0.20, 0.40,
		0.225, 0.3, 0.375	0.60, 0.80, 1.00
Sr	100	0.00, 0.05, 0.10,	0.00, 0.30, 0.60,
		0.15, 0.20, 0.25	0.90, 1.20, 1.50

## 1.5 供试品溶液的制备<sup>[17-18]</sup>

准确称取 0.100 0 g 试样于 50 mL 的聚四氟乙烯烧杯中, 用少量蒸馏水润湿后, 加入 15 mL 盐酸, 放在电热板上(温度为 100℃ 左右)加热 10 ~ 15 min, 除去大量硫化氢。将 5 mL 硝酸、5 mL 氢氟酸加入聚四氟乙烯烧杯。继续加热至蒸干, 温度为 160℃ 左右, 赶尽氢氟酸。再将 10 mL 盐酸(1+1)

加入聚四氟乙烯烧杯中。在电热板上加热至微沸状态, 溶解盐类, 取下冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀, 即得供试品溶液。

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器工作参数的优化

以背景等效浓度值为参考指标, 考察输出功率、载气流量、雾化器压力、观测高度等参数对仪器分析性能的影响, 从中选出各元素灵敏度高、背景强度低的工作参数, 结果如表 1 所示。

### 2.2 校准曲线

在设定的仪器工作条件下, 对 1.4 中所述的标准系列溶液进行测定并绘制校准曲线。实验测得铝的校准曲线的线性回归方程为  $y = 0.9947x + 0.0933$ , 线性范围为 0 ~ 12  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,  $r = 0.9992$ ; 镁的校准曲线的线性回归方程为  $y = 1.0039x + 0.007$ , 线性范围为 0 ~ 6  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,  $r = 0.9993$ ; 锰的校准曲线的线性回归方程为  $y = 1.0163x - 0.0082$ , 线性范围为 0 ~ 2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,  $r = 0.9992$ ; 镱的校准曲线的线性回归方程为  $y = 0.9559x + 0.0156$ , 线性范围为 0 ~ 1.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,  $r = 0.9991$ 。线性范围可满足对铝、镁、锰、镱测定的要求。

### 2.3 样品前处理方法

样品的前处理主要有微波消解、高温灰化、电热板加热消解等<sup>[16]</sup>。高温灰化法利用高温破坏有机介质后加酸溶解灰分, 温度过低则灰化不彻底, 而温度过高易损失待测元素。微波消解样品一次消解个数有限, 使用危险性较高, 消解后冷却的时间较长, 另外, 采用氢氟酸消解, 还需要赶酸。而电热板加热消解一次消解样品个数多, 可以连赶酸一起完成, 相对比较安全, 方法传统经典可靠。因此, 选择电热板加热、盐酸-硝酸-氢氟酸加热体系对试样进行消解。

### 2.4 样品测试

样品测试结果如表 3 所示。

由表 3 可知, 金质量分数为 20 g/t 的载金树脂物料中, 铝元素的平均质量分数为 4 014  $\mu\text{g}/\text{g}$ , 相对标准偏差为 3.29%; 镁元素的平均质量分数为 1 802  $\mu\text{g}/\text{g}$ , 相对标准偏差为 2.42%; 锰元素的平均质量分数为 193.5  $\mu\text{g}/\text{g}$ , 相对标准偏差为 1.07%; 镱元素的平均质量分数为 109.5  $\mu\text{g}/\text{g}$ , 相对标准偏差为 2.94%。即金质量分数为 20 g/t 的载金树脂物料中, 铝的质量分数最高, 随后依次是镁、锰、镱。

表3 样品测试结果

元素	样品测试结果			
	Al	Mg	Mn	Sr
测定值1	4022	1837	195.5	114.2
测定值2	4065	1807	193.0	108.1
测定值3	4273	1806	196.2	112.0
测定值4	3976	1722	191.3	105.0
测定值5	3916	1844	193.6	109.6
测定值6	3986	1795	191.2	108.3
平均值	4014	1802	193.5	109.5
相对标准偏差/%	3.29	2.42	1.07	2.94

## 2.5 加标回收率实验

称取金质量分数为 20 g/t 的载金树脂物料 0.1 g, 放置在 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 依次按照表 2 中平均值加入国家标准储备液, 其中加入铝标准储备液 4 000  $\mu\text{g/g}$ , 镁标准储备液 2 000  $\mu\text{g/g}$ , 锰标准储备液 200  $\mu\text{g/g}$ , 锶标准储备液 100  $\mu\text{g/g}$ 。加入少量蒸馏水润湿, 依照样品处理方法处理后, 用 ICP-AES 测定铝、镁、锰、锶的加标回收率。做 6 次平行试验, 结果如表 4 所示。

表4 加标回收率实验

元素	样品值/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	加入量/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	测定值/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	回收率/%
Al	4014	4000	7920, 7889, 7982,	97.64, 96.86, 99.00
			7917, 7825, 7980	97.58, 95.26, 99.15
Mg	1802	2000	3857, 3830, 3840,	102.77, 101.40, 101.91,
			3810, 3881, 3849	100.43, 103.98, 102.35
Mn	193.5	200	391.8, 389.2, 388.0,	99.16, 97.88, 97.28,
			393.7, 383.5, 385.9	100.10, 95.00, 96.19
Sr	109.5	100	204.5, 212.6, 206.6,	95.01, 103.10, 97.06,
			209.9, 213.9, 205.0	100.38, 104.40, 95.49

由表 4 可知, 铝元素的加标回收率在 95.26% ~ 99.20%, 镁元素的加标回收率在 100.43% ~ 103.98%, 锰元素的加标回收率在 95.00% ~ 100.10%, 锶元素的加标回收率在 95.01% ~ 104.40%。实验结果表明, 该方法(酸溶法)测定铝、镁、锰、锶元素时准确度高, 分析数据准确可靠。

## 2.6 检出限

按照标准酸溶样法进行空白溶液测定, 测定次数为 11 次, 计算标准偏差  $S_b$  及检出限。得到铝元素的检出限为 0.022 5  $\mu\text{g/mL}$ , 镁元素的检出限为 0.009 0  $\mu\text{g/mL}$ , 锰元素的检出限为 0.000 6  $\mu\text{g/mL}$ , 锶元素的检出限为 0.020 4  $\mu\text{g/mL}$ 。

## 3 结论

建立了快速测定载金树脂物料中铝、镁、锰、锶

质量分数的方法。利用酸溶法处理样品, 用 ICP-AES 进行检测, 该方法分析速度快, 检出限低, 样品消耗少, 测定结果平行, 回收率高, 精密性与准确度高。结果表明, 该方法简便、快速、可靠, 适用于载金树脂物料中铝、镁、锰、锶质量分数的快速测定。

## 参考文献

- [1] 李海涛, 刘俊, 杨忠. ICP-AES 测定载金树脂物料中的金[J]. 光谱实验室, 2013, 30(2): 584-586.
- [2] 陈婷婷, 刘俊, 关明. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定载金树脂物料中银含量[J]. 冶金分析, 2014, 34(2): 66-69.
- [3] 李文平, 陈俊红, 李士明, 等. 不同 MgO 含量铝镁钙精炼剂对镁碳材料的动态侵蚀[J]. 硅酸盐学报, 2014, 42(9): 1173-1178.
- [4] 张守一, 林旭峰, 钱军. 聚苯胺/铬酸锶复合材料的制备及其环氧涂层防腐行为研究[J]. 涂料工业, 2013, 43(9): 7-13.
- [5] 郑峰, 杨越飞, 张明昕, 等. 铝酸锶荧光竹塑复合材料的制备及性能研究[J]. 材料导报, 2015, 29(7): 45-51.
- [6] 袁秋红, 曾效舒, 刘勇, 等. 碳纳米管增强镁基复合材料弹性模具的研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(1): 86-97.
- [7] 杨唐, 刘炳, 文峰, 等.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  颗粒增强共晶铝镁基复合材料的腐蚀磨损性能[J]. 材料工程, 2013, 3: 83-89.
- [8] 刘博, 贾雪梅, 周安宁, 等. 锌镁铝类水滑石/煤复合材料协同阻燃乙烯-醋酸乙烯酯共聚物[J]. 高分子材料科学与工程, 2014, 30(11): 145-150.
- [9] 冯兴亮, 黄小卫, 张国成, 等. 原子吸收光谱法测定氟碳铈矿与天青石共生伴生矿中的锶含量[J]. 分析试验室, 2012, 31(11): 14-17.
- [10] 龚炜. ICP-AES 测定岩矿样品中的 17 种金属元素[J]. 化学分析计量, 2015, 24(4): 48-51.
- [11] 周学忠, 谢华林, 李坦平, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定石油焦中 18 种金属元素[J]. 冶金分析, 2015, 35(4): 8-12.
- [12] 张歌, 刘叶楠, 段宁. 高压密闭消解-电感耦合等离子体质谱法测定锰矿石中钽钒锶[J]. 冶金分析, 2014, 34(12): 39-43.
- [13] 徐伟, 李玉珍, 段太成, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定高纯二氧化锡电极材料中恒量金属杂质离子[J]. 分析化学, 2015, 43(9): 1349-1352.
- [14] Tormysheva E A, Melikhova E V, Ermolaeva T N. Analysis of refractory materials for metallurgy by the ICP-AES method[J]. Inorganic Materials, 2011, 47(14): 1544-1547.
- [15] Hongbo Han, Qiang Deng, Yi Diao, et al. Study of material properties for the multielement in Dipsacus asper Wall from Panzhihu with application of microwave assisted digestion and the ICP-AES method[J]. Advanced Materials Research, 2014, 978: 11-14.
- [16] 何玥. ICP-AES 法同时检测生蚝中铝、铜、镉、铬、铁含量时 3 种样品前处理方法比较[J]. 化学分析计量, 2014, 23(4): 89-91.
- [17] 王学伟, 彭南兰, 唐琦平, 等. 四酸溶样电感耦合等离子体发射光谱法测定地质样品中的钨[J]. 岩矿测试, 2014, 33(2): 212-217.
- [18] 郭中宝, 白永智, 崔金华, 等. ICP-AES 法测定石膏中的多元素含量[J]. 光谱学与光谱分析, 2015, 34(8): 2250-2253. ■