微波消解-火焰原子吸收测铅精矿中的铜

1 前言

铅精矿是指铅含量在 40%-70%的原矿，是生产金属铅、铅合金、铅化合物等的主要原料。铅精矿化学成分应符合规定，按化学成分分为 7 个品级，以干矿品位计算，其中第一二三级要求杂质铜含量不大于 1.5%。我们参考《GB/T8152.7-2006 铅精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法》，采用微波消解法对铅精矿样品样品进行前处理，采用火焰炉原子吸收分光光度计检测其中的铜含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-18 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)，火焰原子吸收分光光度计，铜空心阴极灯等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸（38%），氢氟酸（40%），铜标准溶液(1000mg/L)

3 实验方法

3.1 样品制备

将实验准备的铅精矿粉碎、混匀后备用（水分不得大于 12%）

3.2 微波消解

称取铅精矿样品粉末三组，每组质量约为 0.1g（精确至 0.1mg）。

将称好的样品，置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 1mL 氢氟酸，静置 20min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	600
2	180	5	600
3	210	45	600

3.3 赶酸定容

冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150℃赶酸至 0.5mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 25mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度,混匀备用。同时做试剂空白试验。

3.4 配制标液

铜标准系列溶液:分别吸取铜标准溶液(1000mg/L)适量于 100mL 容量瓶中，加硝酸溶液(1%)至刻度，混匀。配制成质量浓度分别为 0mg/L、0.5mg/L、1.0mg/L、1.5mg/L、2.0mg/L 和 3.0mg/L 的铜标准系列溶液。

3.5 光谱参数

波长 324.7nm，光谱带宽 0.2nm，滤波系数 0.3，灯电流 3.0mA。曲线方程：$[A]=K_1[C]+K_0$

，K_1=0.2045，K_0=0.0157，线性相关系数：0.99857。

4 结果

实验测定样品中的铜含量，结果如下：

样品名称	检测结果/%			平均值/%	RSD/%
铅精矿	0.681	0.689	0.690	0.687	0.72

实验选择铅精矿样品中铜杂质的量为 0.687%，低于 1.5%；测量结果的 RSD=0.72%，重复性良好。

参考文献

[1] GB/T8152.7-2006 铅精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法