地矿测绘
Geological and Mineral Surveying and Mapping
第 7 卷◆第 6 期◆版本 1.0◆2024 年
文章类型：论文|刊号（ISSN）：2630-4732 /（中图刊号）：561GL001

ICP-AES 技术在铝土矿关键元素定量分析中的应用

耿海燕　王明芳　贾鹏娟　韩文娟　陈彩珊
新疆维吾尔自治区矿产实验研究中心（新疆岩石矿物分析及工艺矿物学研究重点实验室）
DOI:10.12238/gmsm.v7i6.1874

[摘　要] 铝土矿作为铝工业的主要原料来源,其化学成分的精确分析对于矿产资源的有效评估、合理开发利用以及产品质量的严格控制具有至关重要的意义。本文通过介绍ICP-AES的技术原理、技术优势,结合铝土矿样品的具体分析步骤,验证了该技术在元素定量分析中的准确性和可靠性。
[关键词] ICP-AES技术；铝土矿关键元素；定量分析
中图分类号：D922.62　文献标识码：A

Application of ICP-AES Technology in Quantitative Analysis of Key Elements in Bauxite

Haiyan Geng　Mingfang Wang　Pengjuan Jia　Wenjuan Han　Caishan Chen
Xinjiang Uygur Autonomous Region Mineral Resources Experimental Research Center (Key Laboratory of Xinjiang Rock Mineral Analysis and Technological Mineralogy Research)Urumqi

[Abstract] Bauxite, as the primary raw material for the aluminum industry, necessitates precise analysis of its chemical composition for effective evaluation of mineral resources, rational exploitation and utilization, as well as stringent control of product quality. This paper introduces the technical principles and advantages of ICP-AES (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry) and validates the accuracy and reliability of this technology in quantitative elemental analysis by incorporating specific analytical steps for bauxite samples.
[Key words] ICP-AES Technology; Key Elements in Bauxite; Quantitative Analysis

引言

准确快速地测定这些元素的含量,对于提高铝土矿资源的利用效率、优化生产工艺流程具有重要意义。ICP-AES技术以其高灵敏度、高选择性、宽线性范围、低检出限以及能够同时测定多种元素的能力,在元素分析领域得到了广泛应用。该技术克服了传统分析方法的操作繁琐、分析周期长、易受干扰等弊端,大大提高了分析效率和准确性,为铝土矿等矿物的化学成分分析提供了一种高效、可靠的技术手段。

1 铝土矿关键元素定量分析

铝土矿中铝、硅、铁元素的定量分析是指通过科学的方法和手段,对铝土矿样品中铝、硅、铁元素的含量进行精确测定的过程。铝土矿作为重要的矿产资源,其化学成分的准确分析对于资源评估、开发利用及质量控制具有重要意义：(1)资源评估与利用。铝土矿中铝的含量是决定其经济价值的关键因素。通过定量分析,可以准确了解铝土矿中铝的含量,从而评估其资源价值,为矿产资源的合理开发和利用提供科学依据；不同铝含量的铝土矿在开采和加工过程中需要采用不同的工艺和设备。定量分析可以帮助确定铝土矿的等级和类型,从而指导开采方案的制定,确保开采过程的高效性和经济性。(2)生产工艺优化。铝土矿中硅和铁的含量对铝的冶炼过程有重要影响。硅含量过高会增加冶炼难度和能耗,而铁含量过高则可能影响铝产品的质量。通过定量分析,可以掌握硅和铁的含量,从而优化冶炼工艺参数,提高冶炼效率和产品质量；了解铝土矿中铝、硅、铁元素的含量,有助于制定更合理的配料方案,减少不必要的原料消耗和浪费,从而降低生产成本。(3)质量控制与监测。铝土矿是生产氧化铝和金属铝等产品的重要原料。通过定量分析,可以监测铝土矿中铝、硅、铁等元素的含量变化,及时发现并解决原料质量问题,确保生产出的产品质量符合相关标准和要求；在产品质量出现问题时,定量分析数据可以作为追溯和调查的依据,帮助确定问题原因并采取相应的改进措施。

2 ICP-AES技术的内涵

ICP-AES全称为电感耦合等离子体原子发射光谱,是一种基于原子发射光谱原理的分析技术。该技术利用高频电磁场使工作气体(如氩气)电离形成高温等离子体,样品溶液通过进样系统被雾化并引入等离子体区域,样品中的元素在高温下被原子化、激发并发射特定波长的光。这些光信号经过分光系统分解为单色光谱,并由光电检测器检测其强度和波长,从而实现元素的定性和定量分析。

Copyright © This work is licensed under a Commons Attibution-Non Commercial 4.0 International License.

ICP-AES技术在铝土矿元素分析中具有显著优势：(1)高准确度和精密度。ICP-AES技术以其高光谱分辨率和优异的信背比(信号与背景噪声之比)著称,这使得它能够精确地区分不同元素的特征光谱,并准确测定样品中元素的含量。即使在复杂基质中,ICP-AES也能通过其强大的抗干扰能力,确保分析结果的准确性和可靠性。(2)检出限低。ICP-AES技术的检出限极低,大多数元素的检出限可达到ppb(微克/升)级甚至更低,这使得它非常适合于超微量元素的测定。在铝土矿等地质样品中,某些关键元素可能以极低的浓度存在,而ICP-AES技术能够准确地检测出这些元素,为地质勘探和矿石评价提供重要依据。(3)分析速度快。ICP-AES技术具有高度的自动化程度,从样品进样到数据输出均可实现自动化操作。这使得ICP-AES能够在短时间内完成大量样品的快速连续测定,显著缩短了分析周期。对于需要快速获取分析结果的场合,如生产监控和质量控制等,ICP-AES技术展现出了极大的优势。(4)可同时测定多种元素。ICP-AES技术的另一个显著优势是能够在一次分析中同时测定多种元素。这得益于其多通道检测器的设计,使得ICP-AES能够同时捕捉多种元素的特征光谱。在铝土矿元素分析中,ICP-AES技术能够同时测定铝、硅、铁等多种关键元素,大大提高了分析效率并降低了分析成本。(5)线性范围宽。ICP-AES技术的动态线性范围非常宽,通常可达5-6个数量级。这意味着ICP-AES能够适用于不同浓度的样品分析,无需对样品进行复杂的稀释或浓缩处理。在铝土矿等地质样品中,元素浓度可能相差悬殊,而ICP-AES技术的宽线性范围使得它能够轻松应对这种挑战,确保分析结果的准确性和可靠性。

3 ICP-AES技术在铝土矿中铝、硅、铁元素定量分析中的步骤

3.1样品准备

根据矿石的均匀性和矿体的分布特性,采用合适的取样方法,如网格取样、随机取样或系统取样等。使用球磨机、振动磨或研钵等研磨设备对样品进行研磨。研磨过程中应定期检查样品的细度,直至达到所需的粒度要求(如D50<4μm)。D50表示样品中50%的颗粒小于该粒径。通过研磨将样品细化,使样品中的矿物颗粒达到均匀且细小的状态,从而提高分析的准确性和重现性。细小的颗粒有助于更完全地溶解样品,并减少分析过程中的误差。将研磨后的样品置于干燥箱中,在适当的温度下(通常为105° C左右)进行干燥。干燥时间取决于样品的初始水分含量和干燥箱的性能。干燥后,应确保样品完全冷却至室温后再进行后续操作。在整个样品准备过程中,应注意避免污染和交叉污染。使用干净的容器和工具,并在必要时进行清洗和干燥。取样、研磨和干燥等步骤应在通风良好的环境中进行,以减少有害物质的暴露和吸入。通过以上步骤,可以制备出适合ICP-AES技术分析的铝土矿样品,为后续的定量分析提供准确可靠的样品基础。

3.2试剂准备

在分析铝土矿中的关键元素时,采用一系列高纯度的化学试剂是至关重要的。以下是关于所用分析纯酸、去离子水、标准溶液的详细阐述。(1)分析纯的酸。硝酸(HNO_3)作为一种强氧化性酸,硝酸在铝土矿的分解过程中展现出卓越的能力。它能够有效地氧化并分解铝土矿中的多种矿物成分,使得待测元素如铝、铁等以离子形式释放到溶液中,便于后续的分析检测。为确保分析结果的准确性,硝酸必须是分析纯级别,这意味着其纯度极高,几乎不含任何可能干扰分析的杂质;氢氟酸在硅酸盐矿物的溶解中发挥着关键作用。对于铝土矿而言,硅是一个重要的组成元素,其准确测定对于了解矿石性质至关重要。氢氟酸能够选择性地溶解硅酸盐,从而释放出硅元素,为后续ICP-AES分析提供必要的样品溶液。同样地,为了保证分析精度,氢氟酸也需达到分析纯级别。(2)去离子水。去离子水是实验过程中不可或缺的一部分,它用于配制标准溶液和稀释样品溶液。由于去离子水经过特殊处理去除了其中的离子杂质,因此能够最大限度地减少因水质问题而引入的分析误差。在ICP-AES分析中,使用高纯度的去离子水对于确保数据的准确性和可靠性至关重要。(3)标准溶液。标准溶液是ICP-AES分析中的重要校准工具。它们包含已知浓度的待测元素(如铝、硅、铁等),用于建立分析曲线和校准仪器。通过精确称量高纯度的化合物并溶解在去离子水中,可以制备出浓度范围广泛且准确的标准溶液。这些标准溶液不仅有助于验证分析方法的准确性,还能够确保测量结果的可靠性和可重复性。

3.3样品溶解

酸溶法适用于大多数铝土矿样品,其步骤如下:使用电子天平准确称取适量(如0.1g)的干燥后铝土矿样品粉末,置于聚四氟乙烯烧杯中。聚四氟乙烯烧杯因其良好的耐酸性和耐温性,是ICP-AES分析中常用的容器;向烧杯中加入适量的酸(如硝酸、氢氟酸等)。硝酸是强氧化性酸,能够有效地分解铝土矿中的大部分矿物成分。氢氟酸则能够溶解硅酸盐矿物,对于铝土矿中的硅元素分析尤为重要。加酸时,应逐渐加入并小心搅拌,以防溅出和剧烈反应;将烧杯置于电热板上加热,使样品与酸充分反应并溶解。加热过程中应注意控制温度,避免溶液暴沸或溅出。同时,应使用磁力搅拌器搅拌溶液,以确保样品与酸充分混合；当溶液剩余一定量时(如剩余约1mL),加入一定量的盐酸(如10mL)以复溶可能形成的盐类。盐酸的加入有助于进一步溶解样品中的难溶成分,并确保溶液中的元素以离子形式存在;将溶液冷却至室温后,转移至容量瓶中,并用去离子水定容至一定体积(如100mL)。定容时应确保溶液充分摇匀,以使溶液中的元素浓度均匀分布。

碱熔法适用于难溶的铝土矿样品,其步骤如下:将适量的混合熔剂(如无水碳酸钠与硼砂按一定比例混合)与铝土矿样品混合均匀。混合熔剂的选择和比例应根据样品的性质和溶解需求来确定；将混合好的样品置于高温炉中加热熔融。熔融过程中应控制炉温和时间,以确保样品完全熔融并分解。高温熔融能够破坏样品中的矿物结构,使其中的元素以离子或氧化物形式存在；将熔融物取出并冷却后,加入适量的酸(如盐酸)进行提取。

Copyright © This work is licensed under a Commons Attibution-Non Commercial 4.0 International License.

酸提取过程中应充分搅拌和加热,以确保熔融物中的元素完全溶解在酸中；将提取后的溶液冷却至室温后,转移至容量瓶中,并用去离子水定容至一定体积(如100mL)。定容后应充分摇匀溶液,以确保其中的元素浓度均匀分布。

3.4仪器分析

使用标准溶液对ICP-AES仪器进行校准,以消除仪器误差,确保分析结果的准确性和可靠性。校准是确保仪器性能稳定、数据准确的重要前提。准备一系列已知浓度的标准溶液,这些溶液应包含待测元素(铝、硅、铁等),并且浓度范围应覆盖样品中可能存在的浓度范围；将标准溶液依次注入ICP-AES仪器中,按照预定的程序进行测定；仪器会自动记录各元素的特征光谱强度,并与标准溶液中已知的浓度进行比对;通过调整仪器的相关参数(如增益、偏移量等),使测量结果与标准值一致,完成校准过程。

根据样品的特性和分析要求,合理设置ICP-AES仪器的分析参数,以获得最佳的分析效果。关键参数有：功率(控制等离子体的温度和电离度,影响元素的激发和发射光谱强度)、载气流速(影响等离子体的稳定性和元素在等离子体中的停留时间,从而影响光谱信号的稳定性和强度)、观察高度(光谱仪检测器与等离子体焰炬之间的距离,影响光谱信号的采集效率和分辨率)、其他参数(如积分时间、背景校正等)。

3.5样品测定

首先,将预处理完成的样品溶液通过进样系统(如高效蠕动泵或自动进样器等)平稳地注入ICP-AES(电感耦合等离子体质谱)仪器内。随后,仪器自动执行精密操作,将样品溶液雾化成微小液滴,并巧妙地引入等离子体焰炬中心。在此高温高能环境中,样品中的元素被有效激发,进而发射出各自独特的特征光谱。紧接着,高精度的光谱仪检测器迅速捕捉并记录这些珍贵的光谱信号,随后通过仪器内置的先进软件进行深入的数据处理与分析。此软件基于预先建立的标准曲线或校准数据,能够智能地将光谱信号的强度转化为样品中各元素的精确浓度值。在实验过程中,为确保结果的准确性与可靠性,有几点关键注意事项需严格遵守:全程需密切关注ICP-AES仪器的运行状态及光谱信号的质量变化,任何细微的异常(如光谱信号的显著波动或漂移)都应立即引起注意,并迅速检查仪器各部件,排除潜在故障。为减少仪器背景干扰及前次测定残留物对后续测定的影响,每个样品测定前后均需进行空白溶液的测定,并据此对结果进行必要的校正。对于那些尤为重要或存在疑问的测定结果,应采取更为严谨的态度,通过重复测定或引入其他验证方法(如X射线荧光光谱分析等)来进一步确认其准确性,确保最终数据的科学性与可信度。

3.6结果分析

(1)光谱强度转换：ICP-AES仪器测定的原始数据是各元素的特征光谱强度。为了得到元素的浓度值,需要将这些光谱强度数据通过标准曲线或内置的校准数据进行转换。标准曲线是通过一系列已知浓度的标准溶液测定的光谱强度绘制的,它反映了光谱强度与元素浓度之间的线性关系。

(2)软件处理：现代ICP-AES仪器通常配备有专业的数据处理软件,可以自动完成光谱强度的转换和计算过程。用户只需输入标准曲线的参数或选择正确的校准数据,软件即可输出各元素的浓度值。

(3)误差评估：在数据处理过程中,应评估测量误差和不确定度。这包括仪器误差、方法误差、标准溶液误差等多个方面。通过合理的误差评估,可以确定分析结果的置信区间和可靠性。

4 结束语

在深入探讨ICP-AES技术在铝土矿关键元素(如铝、硅、铁等)定量分析中的应用后,我们可以清晰地看到这一技术所展现出的卓越性能与广泛应用前景。ICP-AES以其高灵敏度、高选择性和宽线性范围的特点,在铝土矿元素分析中发挥了不可替代的作用。它不仅极大地提高了分析效率,还确保了分析结果的准确性和可靠性,为地质勘探、矿产资源评估以及工业生产提供了强有力的数据支持。

[参考文献]

[1]王松君,王璞珺,常平.ICP-AES分析技术在岩石样品快速分析中的应用[J].吉林大学学报(理学版),2007,(06):1027-1031.

[2]郑国经.ICP-AES分析技术的发展及其在冶金分析中的应用[J].冶金分析,2001,(01):36-43.

[3]何海成,张光霞,黄志荣,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定硅铝铁合金中多种元素的优化研究[J].光谱学与光谱分析.2004,(7):887-889.

作者简介：

耿海燕(1987--),女,汉族,甘肃庆阳人,本科,工程师,研究方向：岩矿分析。

Copyright © This work is licensed under a Commons Attibution-Non Commercial 4.0 International License.