文章编号: 0254 - 5357(2015)06 - 0623 - 06 DOI: 10.15898/j.cnki.11 - 2131/td.2015.05.004

封闭消解 - 阳离子交换分离 - 电感耦合等离子体质谱法测定铜铅锌矿石中的铼

熊 英[1,2], 吴 峥[1], 董亚妮[1,2], 裴若会[1,2], 刘晓艳[1], 吴 赫[1,2], 张 艳[1]
(1. 陕西省地质矿产实验研究所, 陕西 西安 710054;
2. 陕西省矿产资源勘查与综合利用重点实验室, 陕西 西安 710054)

摘要: 阴离子交换树脂已被应用于酸法消解 - 电感耦合等离子体质谱(ICP - MS)测定铜铅锌矿石等地质样品中铼的分离富集,样品溶液中的 ReO_4^- 用树脂交换吸附后再用洗脱剂将 ReO_4^- 选择性洗脱,该方法流程长,影响其稳定性和准确性。本文以基体元素为吸附交换目标,用 8 g 的 732 强酸型阳离子交换树脂在 2% 硝酸介质条件下静态吸附 1.5 h,可有效地消除基体元素的影响。用空矿(石英)稀释低含量铼的样品做空白试验,获得方法检出限为 0.004 μg/g,精密度(RSD)小于 6%,加标回收率为 96% ~ 104%。本方法应用的 732 强酸型阳离子交换树脂在适宜酸度条件下,对矿石中除钨、钼以外的金属元素吸附率高达 95% 以上,降低了样品溶液离子强度和干扰元素浓度,实现了 ICP - MS 的直接测定,操作方法比阴离子交换吸附法简便。

关键词: 铜铅锌矿石; 铼; 封闭消解; 阳离子交换树脂; 电感耦合等离子体质谱法
中图分类号: O614.713; O657.63 **文献标识码**: B

铼属稀有分散元素,其丰度值低,仅为 10^{-10} 级[1]。铼很少有独立矿物,至今只有俄罗斯发现了一种铜铼硫化矿物[2]。铼多以微量伴生于钼、铂、钯等矿物中,也是铜铅锌矿特别是铜矿石的重要伴生元素。铼的稀有分散特性给分析测试带来较大的难度[3],长期以来关于地质样品中铼的测定,一直没有较为成熟高效的分析方法,致使原铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法标准体系(GB/T 14353)中未建立铼的分析方法,不能满足铜铅锌矿石勘查及综合评价的需要。电感耦合等离子体质谱法(ICP - MS)因其检出限低(低至 10^{-12} 级)、谱线干扰少等特点,在铼的测定中越来越受到重视[4]。近年来,有关 ICP - MS 测定矿石中铼的分析方法研究有许多应用研究成果[5-11],为标准方法的建立奠定了成熟、可靠的技术基础。

例如,酸法消解 - 离子交换树脂分离 - ICP - MS 测定地质样品中的铼已有较多的报道,但在离子交换分离富集环节,均使用阴离子交换树脂与溶液中的 ReO_4^- 进行交换吸附,然后用洗脱剂将 ReO_4^- 选择性洗脱下来或将树脂灰化后再分解测定,方法流程长,影响其稳定性和准确性。为了简化样品分解程序,本文在酸法消解体系的基础上,改变传统以高铼酸(ReO_4^-)为吸附交换目标,选择弱碱性和强碱性阴离子树脂实现铼与干扰元素的分离富集的思路[12],而以基体干扰元素为吸附交换目标,采用强阳离子交换树脂净化样品溶液中的阳离子,实现了 ICP - MS 的直接测定。在分析方法质量参数评价中,采用空矿(石英)稀释具有一定含量铼的矿石样品得到的试样进行空白试验,测定分析方法的检出限,解决了常规空白试验铼的计数值接近于零无法计算方法检出限的问题,并应用多金属矿、富铜(银)矿、铜精矿等国家一级标准物质和加标回收试验验证了分析方法的精密度和准确度,取得了满意的结果。

1 实验部分

1.1 主要仪器设备及工作参数

X - Series Ⅱ型电感耦合等离子体质谱仪(美国 ThermoScientific 公司)。仪器参考工作条件为:功率 1350 W,冷却气(Ar)流速 14 L/min,辅助气(Ar)流

收稿日期: 2015 - 03 - 03; **修回日期**: 2015 - 08 - 25; **接受日期**: 2015 - 09 - 05
基金项目: 国土资源地质大调查项目(1212011220326)
作者简介: 熊英,教授级高级工程师,从事岩石矿物分析方法及标准化研究。E-mail: xianxiongying@sohu.com。

速 0.75 L/min,雾化气(Ar)流速 0.85 L/min,采样锥(Ni)内径 1.2 mm,截取锥(Ni)内径 1.0 mm,进样泵速 29 r/min,单个元素积分时间 0.5 s,进样冲洗时间 30 s,分辨率 0.6 ~0.8 u,扫描方式主跳峰。

密封消解罐(聚四氟乙烯内衬 10 mL)。

控温烘箱(控温范围:室温至 250 ±1℃)。

1.2　标准溶液和主要试剂

标准溶液:ρ(Re) =1 μg/mL。

内标溶液:ρ(^{103}Rh) =10 ng/mL。

硝酸,氢氟酸,过氧化氢,硝酸(50%)。

仪器调谐液:ρ(Li,Be,Co,Ni,Bi,In,Ba,Ce,Pb,U) =10 ng/mL。

732 强酸型阳离子交换树脂(Φ150 μm):用水洗去杂质后,先用 50% 乙醇浸泡 24 h,清水洗净后再用 200 g/L 氢氧化钠溶液浸泡 24 h,取出树脂用水冲洗至出水 pH≈6,最后用 30% 盐酸浸泡 24 h 备用。使用时用 2% ~5% 的盐酸洗涤数遍至钠离子洗净,再用水洗至 pH 值达到中性,置于布氏漏斗用真空过滤机抽至无水滴出。

氩气(纯度 99.99%);水为二次去离子水。

1.3　实验方法

称取 0.05 g(精确至 0.001 g)试样置于密封消解罐的聚四氟乙烯内衬中,用 1 ~2 滴水润湿样品,然后依次加入 2 mL 硝酸和 2 mL 氢氟酸(加入硝酸和氢氟酸的顺序不能颠倒),将内衬放入钢套中,拧紧后置于控温烘箱中于 190 ±5℃加热 36 h。待消解罐冷却,开盖,将内衬聚四氟乙烯罐置于电热板上蒸干,用 1 mL 50% 的硝酸提取,用水将样品溶液转入 25 mL 比色管中并定容至刻度,摇匀。将样品溶液置于 50 mL 烧杯中,加入约 8 g 阳离子交换树脂,搅拌后放置约 1.5 h,静置,取上层清液测定。

配制 Re 校准溶液系列,在选定仪器工作条件下对仪器进行最佳化调试,以^{103}Rh 作内标,分别进行校准溶液系列、空白试验溶液和样品溶液的测定。

2　结果与讨论

2.1　样品分解条件的选择和优化

2.1.1　酸溶分解方式的选择

酸溶法是利用铼在强酸以及强氧化剂的作用下生成水或酸溶物,而使样品分解。一般而言,由于酸浸取不能完全分解样品,需采用王水复溶以提高回收率[13],而由于铼元素的易挥发性,采用封闭消解替代敞开溶矿则能够很好地防止铼的丢失。选取 3 个不同含量铼的国家一级标准物质(多金属贫矿石 GBW07162、富铜(银)矿石 GBW07164、铜精矿 GBW07166),采用硝酸、盐酸、氢氟酸和高氯酸分解试样,样品溶液稀释后加入约 8 g 阳离子交换树脂,搅拌后放置约 1.5 h, 静置澄清,取上层清液用 ICP-MS直接测定,标准物质的分析结果与认定值相比结果偏低,特别是铼含量高的样品,测定结果偏低 18% ~20%。例如,富铜(银)矿石(GBW07164)中铼含量的标准值为 0.24 μg/g,其测定值为 0.19 μg/g;铜精矿(GBW07166)中铼含量的标准值为3.5 μg/g,其测定值为 2.84 μg/g,证实了敞开溶矿试样分解不完全(分解后样品溶液中存在未分解的矿渣),与前人的研究结果[14]酸浸取不能完全分解样品,高压酸分解及玻璃封管法能使样品完全分解吻合。因此,酸溶分解体系本研究选择封闭消解。

2.1.2　封闭消解条件的优化

实验以富铜(银)矿石(GBW07164)为研究对象,重点考察温度和时间对样品分解效果的影响,固定其他相关实验条件,改变消解温度或时间,表 1 的测定结果表明:180℃下分解 36 h,样品即可分解完全,且测定结果与标准物质的标准值吻合。

表 1　溶矿温度和时间对测定结果的影响

Table 1　Effect of dissolution temperature and time on the determination of Re

溶矿温度(℃)	铼标准值(μg/g)	铼测定值(μg/g)						
		溶矿 12 h	溶矿 18 h	溶矿 24 h	溶矿 30 h	溶矿 36 h	溶矿 42 h	溶矿 48 h
140	0.24	0.179	0.186	0.192	0.200	0.206	0.202	0.205
160		0.194	0.201	0.207	0.216	0.222	0.218	0.221
170		0.204	0.212	0.219	0.228	0.235	0.231	0.234
180		0.206	0.214	0.221	0.230	0.237	0.232	0.236
190		0.206	0.215	0.222	0.231	0.238	0.233	0.237
200		0.203	0.211	0.218	0.227	0.234	0.229	0.232

2.2　共存离子的干扰

干扰试验主要考虑铜、铅、锌、钾、钠、钙、镁、钼、钨等金属干扰元素。选择 2.0 ng/mL 铼标准溶液,分别加入不同浓度的各元素标准溶液,在同一条件下进行测量。表 2 的测定结果表明,溶液中分别共存 100 μg/mL 以下的钾、钠、钙、镁,50 μg/mL 以下的铜、铅、锌、钴、镍、镉,10 μg/mL 以下的钼,以及 2.0 μg/mL 以下的钨对铼的测定均没有干扰;大于 2 μg/mL 的钨会对铼的测定产生正干扰。

2.3　分离树脂类型及分离条件的选择

有关铼的分离富集,前人的研究工作主要关注目标元素的选择吸附分离,所见报道的文献中均使

用阴离子交换树脂与溶液中的 ReO_4^- 进行交换吸附,然后用洗脱剂将 ReO_4^- 选择性洗脱下来,达到分离富集的目的[15-16]。本文将干扰离子作为选择吸附研究对象,选择 732 强酸型阳离子交换树脂对吸附条件进行优化。

表 2　2.0 ng/mL 的铼量在不同共存离子浓度下的测定结果

Table 2　Analytical results of 2 ng/mL rhenium with different concentration of coexisting ions

干扰元素	铼测定值(μg/mL)						
	0	1	2	5	10	50	100
K	2.03	1.99	-	2.06	1.96	2.00	1.96
Na	2.02	2.05	-	2.01	1.99	2.05	2.08
Ca	1.98	1.97	-	2.06	1.96	1.99	2.06
Mg	2.06	2.04	-	2.01	1.99	1.95	1.98
Cu	2.04	2.06	-	2.10	1.96	1.98	-
Pb	2.01	2.04	-	2.04	1.96	2.06	-
Zn	2.04	2.07	-	1.99	2.03	2.05	-
Co	1.98	1.98	-	2.15	2.07	1.97	-
Ni	1.99	1.97	-	1.95	2.09	2.06	-
Cd	2.01	1.99	-	2.06	1.94	2.04	-
W	2.01	2.07	2.27	2.59	2.75	-	-
Mo	2.14	2.08	2.11	1.92	2.07	2.38	-

注:表格中的“ - ”表示未进行该浓度条件下的干扰元素试验。

2.3.1　吸附酸度、吸附时间和吸附树脂用量的优化

配制浓度为 500 μg/mL 的 Cu、Pb、Zn 混合溶液进行吸附介质(硝酸)酸度、吸附时间和吸附树脂用量试验,考察树脂对 Cu、Pb、Zn 的吸附效率。图 1 实验结果表明酸度越高,吸附分离效果越差,与姜玉春等[17]报道的 732 型强阳离子交换树脂分离富集钼精矿中微量铜的低酸度条件吻合(pH = 3 ~ 4),但考虑到测量介质的酸度不能太低,选择 2% 的硝酸浓度,使分离吸附率达到 90% 即可;随着吸附时间的增加,吸附分离效果有所提高,但 1.5 h 后吸附率稳定在 90% 左右。另外,增加吸附树脂用量可提高吸附分离效果,8 g 用量可使吸附分离率达到 90%。

2.3.2　阳离子交换树脂对样品溶液共存离子的分离

根据铜铅锌矿石中主量元素和伴生元素的组成,配制模拟基体溶液,采用 732 强酸型阳离子交换树脂,在选择的最佳条件下对模拟基体元素进行交换分离,采用 ICP - MS 测定交换后样品溶液各元素的浓度,计算分离效率。表 3 的实验结果表明,经过阳离子交换吸附以后,绝大部分金属元素的分离效率达到 95%,虽然钨、钼的吸附效果略差,但样品溶液中剩余的钨、钼离子已不会对铼的测定造成干扰(根据共存离子的干扰试验结果:10 μg/mL 以下的钼和 2.0 μg/mL 以下的钨对铼的测定没有干扰)。

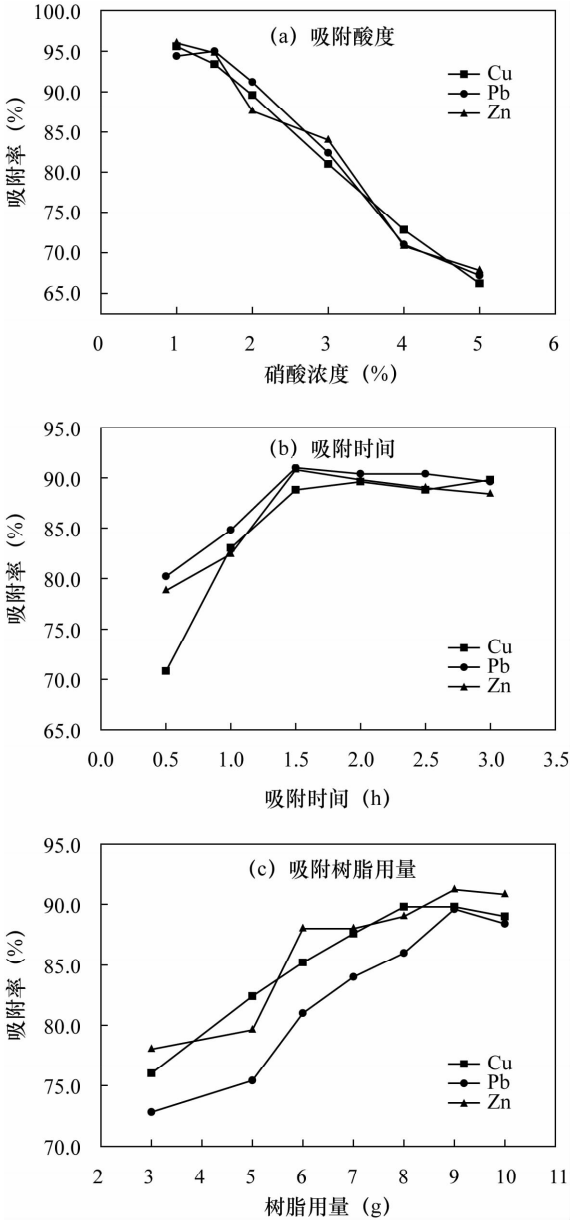

图 1　吸附酸度、吸附时间和吸附树脂用量对分离效果的影响

Fig. 1　Effect of acidity, exchange adsorption time and amount of resin on separation effect

2.3.3　样品溶液直接测定和经阳离子交换吸附分离后测定结果的对比

为了进一步验证交换吸附分离对提高检测结果准确度的重要作用,仍然选择 3 个不同含量铼的国家标准物质(GBW07162、GBW07164、GBW07166)按照实验方法进行阳离子交换树脂分离与否的对比试验,每个样品的不同处理方法分别进行 3 份重复分析。表 4 的对比试验结果表明,未经交换吸附,除了低含量 Re 的测量结果的准确度满足要求外,高含量 Re 的分析结果系统偏低,Re 含量越高分析误差越大,样品

溶液中的基体元素对高含量 Re 的测定有负干扰,进一步表明了净化处理样品溶液的必要性。

表 3　阳离子交换树脂的吸附分离效果

Table 3　Adsorption and separation effect of the cation exchange resin

元素	阳离子树脂交换前的离子浓度(μg/mL)	阳离子树脂交换后的离子浓度(μg/mL)			分离吸附率(%)
		第 1 次	第 2 次	平均值	
Al	10.07	-1.21	-1.22	-1.22	100.0
Cu	50.56	0.665	0.585	0.625	98.8
Fe	50.30	-1.55	-1.60	-1.58	100.0
Mn	10.13	0.0955	0.0822	0.089	99.1
Mo	5.04	1.76	1.78	1.77	64.9
Ni	10.01	0.128	0.128	0.128	98.7
Pb	49.70	0.428	0.407	0.418	99.2
Ti	9.97	0.427	0.405	0.416	95.8
V	10.05	1.36	1.35	1.36	86.5
W	4.07	1.72	1.74	1.73	57.5
Zn	50.00	-0.147	-0.151	-0.149	100.0

注:表格中的负值是由于经阳离子交换树脂分离后部分基体元素的量值低于校准曲线零点的量值致使测量结果为负,吸附分离效率 100%。

表 4　采用阳离子交换树脂分离与否的对比试验

Table 4　Analytical results of Re separated with cation exchange resin and direct determination without separation

标准物质编号	铼标准值(μg/g)	铼测定值(μg/g)					
		未经交换吸附分离直接测定			交换吸附分离后测定		
GBW07162(多金属贫矿石)	0.061	0.070	0.070	0.060	0.062	0.065	0.060
GBW07164(富铜(银)矿石)	0.24	0.210	0.195	0.205	0.253	0.232	0.245
GBW07166(铜精矿)	3.50	2.92	3.07	2.98	3.45	3.51	3.48

2.4　方法检出限

由于空白试验铼的测量计数接近零,选取一个低含量 Re 的样品,用石英稀释(使其含量接近最低校准曲线点测量的计数值)混匀后,称取 12 份,按照拟定的分析方法制备 12 个"空白样品"溶液,并分别进行测定(测量计数值在 892 ~ 1044 cps 之间变化,低于最低标准溶液浓度 0.1 ng/mL 的测量计数值 1040 cps),分别计算 12 个测定值(换算成质量分数)的标准偏差,以 3 倍标准偏差计算本方法检出限为 0.004 μg/g,低于任志海等[18]报道的 ICP-MS 直接测定钼矿石样品中铼的方法检出限(0.0124 μg/g)。

2.5　实验室内分析方法精密度和准确度验证试验

选择不同含量水平的 6 个铜矿石或多金属矿石成分分析国家标准物质(GBW07162、GBW(E)070073、GBW(E)070075、GBW(E)070076、GBW07166、GBW0716),按拟定的分析方法分别制备样品溶液 12 份,在优化的仪器工作条件下测定 Re 含量,6 个标准物质 12 次分析结果的相对标准偏差(RSD)分别为:3.8%、5.1%、4.3%、3.6%、3.0%、4.6%。选择与精密度试验相同的标准物质各平行称取 2 份进行加标回收率试验,标准的加入量与标准物质中 Re 的含量相当,对上述 6 个标准物质的加标回收试验结果分别为:96%、99%、99%、104%、103%、96%。

3　结论

本文建立的封闭消解-阳离子交换分离 ICP-MS 测定铜铅锌矿石中 Re 的分析方法,采用硝酸、氢氟酸封闭消解样品,保证了样品中 Re 的完全溶出和避免敞开消解对 Re 的挥发损失,减少了用酸量,降低了样品空白值;采用 732 型阳离子交换树脂,在 2% 的硝酸介质条件下静态吸附 1.5 h,则可分离净化样品溶液中的金属阳离子,有效地消除了样品溶液中基体元素对测定 Re 的影响,本方法与传统采用阴离子交换树脂分离富集 Re 再解脱或灰化、消解测定方法相比,缩短了分析流程,简便快速。

本方法经铜矿石或多金属矿石国家标准物质验证,精密度和准确度满足铜铅锌矿石伴生元素铼的勘查及综合评价的需要,为建立 ICP-MS 测定铜铅锌矿石中铼量的标准分析方法奠定了基础;在分析方法检出限的评价试验中采用空矿(石英)稀释低含量样品进行空白试验,解决了低试剂空白无法评价分析方法检出限的难题,为同类型分析方法检出限的测定提供了可借鉴的思路。

4　参考文献

[1]　迟清华,鄢明才编著. 应用地球化学元素丰度数据手册[M]. 北京:地质出版社,2007:104.
Chi Q H, Yan M C. Application Handbook of Geochemical Element Abundance Data[M]. Beijing: Geological Publishing House, 2007:104.

[2]　矿产资源工业要求手册编辑委员会编著. 矿产资源工业要求手册(2014 修订版)[M]. 北京:地质出版社,2014:289-290.
Editorial Committee of Handbook for Mineral Resources Industry. Handbook for Mineral Resources Industry[M].

Beijing:Geological Publishing House,2014:289 - 290.

[3] 罗善霞,焦圣兵. 地质样品中铼的分离和测定方法研究进展[J]. 冶金分析,2013,33(2):22 - 27.
Luo S X,Jiao S B. Research Progress on Separation and Determination Method of Rhenium in Geological Samples [J]. Metallurgical Analysis,2013,33(2):22 - 27.

[4] 梁波,沈宏伟,罗明标,等. 铼的分析方法研究进展[J]. 江西化工,2014(3):76 - 80.
Liang B,Shen H W,Luo M B,et al. Research Progress on the Determination of Rhenium[J]. Jiangxi Chemical Industry,2014(3):76 - 80.

[5] 王军芝,杜安道. 硫化物矿物中铼和锇的 ICP - MS 测定——逆王水分解样品方法[J]. 质谱学报,1999,20(3,4):111 - 112.
Wang J Z,Du A D. Low-blank Chemical Separation of Re and Os from Sulfide Ore for Measurement by ICP-MS [J]. Journal of Chinese Spectrometry Society,1999,20(3,4):111 - 112.

[6] 屈文俊,杜安道. 高温密闭溶样电感耦合等离子体质谱准确测定辉钼矿铼 - 锇地质年龄[J]. 岩矿测试,2003,22(4):254 - 257.
Qu W J,Du A D. Highly Precise Re-Os Dating of Molybdenite by ICP-MS with Carius Tube Sample Digestion[J]. Rock and Mineral Analysis,2003,22(4):254 - 257.

[7] 杨胜洪,屈文俊,杜安道,等. 同位素稀释等离子质谱法准确测定地质样品痕量铼[J]. 岩矿测试,2006,25(2):125 - 128.
Yang S H,Qu W J,Du A D,et al. Determination of Trace Rhenium in Geological Samples Using Isotope Dilution-Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry[J]. Rock and Mineral Analysis,2006,25(2):125 - 128.

[8] 漆亮,周美夫,严再飞,等. 改进的卡洛斯管溶样等离子体质谱法测定地质样品中低含量铂族元素及铼的含量[J]. 地球化学,2006,35(6):667 - 674.
Qi L,Zhou M F,Yan Z F,et al. An Improved Carius Tube Technique for Digesting Geological Samples in the Determination of PGEs and Re by ICP-MS [J]. Geochimica,2006,35(6):667 - 674.

[9] 胡庆云,张振森,陈杭亭,等. 等离子体质谱法测定地质样品中超痕量贵金属和铼[J]. 贵金属,2007,28(1):43 - 47.
Hu Q Y,Zhang Z S,Chen H T,et al. Determination of Ultratrace Precious Metals and Rhenium in Geological Samples by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry[J]. Precious Metals,2007,28(1):43 - 47.

[10] 李杰,梁细荣,董彦辉,等. 利用多接收器电感耦合等离子体质谱法精确测定天然岩石样品中的铼含量[J]. 质谱学报,2008,29(5):283 - 289.
Li J,Liang X R,Dong Y H,et al. Precise Measurement Re Concentration of Natural Rock Sample by MC-ICPMS Using Iridium to Correct for Mass Fractionation [J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society,2008,29(5):283 - 289.

[11] 高静,陈述,刘健. 用等离子体质谱法测定化学物相浸出液中的铼[J]. 矿冶工程,2009,29(3):72 - 74.
Gao J,Chen S,Liu J. Determination of Rhenium in Chemical Phase Leaching Solution by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry [J]. Mining and Metallurgical Engineering,2009,29(3):72 - 74.

[12] 邓桂春,滕洪辉,刘国杰,等. 铼的分离与分析研究进展[J]. 稀有金属,2004,28(4):771 - 776.
Deng G C,Teng H H,Liu G J,et al. Advance in Research on Rhenium Separation and Analysis Methods [J]. Rare Metal,2004,28(4):771 - 776.

[13] 靳洪允. 稀散元素铼的分析进展[J]. 冶金分析,2005,25(5):42 - 45.
Jin H Y. Progress in Analysis of Rhenium [J]. Metallurgical Analysis,2005,25(5):42 - 45.

[14] 任曼,邓海琳,漆亮. 贵金属多元素分析进展[J]. 地质地球化学,2003,31(3):80 - 88.
Ren M,Deng H L,Qi L. Development in Multi-element Determination of Precious Metals [J]. Geology Geochemistry,2003,31(3):80 - 88.

[15] 邱朝辉,钟宏,曹占芳,等. 铼的分离分析方法研究进展[J]. 稀有金属与硬质合金,2010,38(1):56 - 59.
Qiu Z H,Zhong H,Cao Z F,et al. The Latest Development of Rhenium Separation and Analysis Methods [J]. Rare Metals and Cemented Carbides,2010,38(1):56 - 59.

[16] 邢智,漆亮. 阴离子交换树脂分离同位素稀释等离子体质谱法快速测定地质样品中的铼[J]. 分析试验室,2014,33(10):1229 - 1232.
Xing Z,Qi L. Separation and Determination of Re in Geological Samples by Isotope Dilution-ICP-MS with Anion Exchange [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory,2014,33(10):1229 - 1232.

[17] 姜玉春,付冰. 732 型阳离子交换树脂分离富集 - 分光光度法测定钼精矿中微量铜的研究[J]. 辽宁大学学报(自然科学版),2011,38(4):315 - 318.
Jiang Y C,Fu B. Spectrophotometic Determination of Trace Amounts of Copper in Molybdenum Concentrates after Separation and Enrichment by Ion Exchange Resins [J]. Journal of Liaoning University (Natural Sciences Edition),2011,38(4):315 - 318.

[18] 任志海,夏照明,李树强. 电感耦合等离子体质谱法

(ICP－MS)测定钼矿石中的铼[J]. 中国无机分析化学,2013,3(3):27－29.
Ren Z H,Xia Z M,Li S Q. Determination of Rhenium in Molybdenum Ores by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry,2013,3(3):27－29.

Determination of Rhenium in Copper-Lead-Zinc Ore by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry with Closed Decomposition and Cation Exchange Separation

XIONG Ying[1,2], *WU Zheng*[1], *DONG Ya-ni*[1,2], *PEI Ruo-hui*[1,2], *LIU Xiao-Yan*[1], *WU He*[1,2], *ZHANG Yan*[1]

(1. Shaanxi Institute of Geology and Mineral Resources Experiment, Xi'an 710054, China;
2. Shaanxi Key Laboratory of Exploration and Comprehensive Utilization of Mineral Resources, Xi'an 710054, China)

Abstract: Anion exchange resin has been applied to Re separation after acid digestion of Cu-Pb-Zn ores and Re was determined by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (ICP-MS). ReO_4^- in solution was adsorbed by exchange resin and was then eluted from the resin by eluant. This method has a long process, which affects its stability and accuracy. Matrix elements are selected as the goal and 8 g of 732 cation exchange resin in 2% nitric acid medium for 1.5 h static adsorption is used. This method can effectively eliminate the influence of matrix elements on the ICP-MS determination of rhenium. Quartz was used as the blank and mixed with low Re samples. The acquired detection limit was 0.004 μg/g, the precision (RSD) is less than 6%, and the recovery ranged from 96% to 104%. The 732 cation exchange resin under the acidic condition has the recovery of >95% for most matrix elements except tungsten and molybdenum, which reduced ionic strength and the concentration of interference elements. Rhenium can be directly determined by ICP-MS, which is simpler and faster than the anion exchange resin separation method.

Key words: copper-lead-zinc ore; rhenium; closed dissolution; cation exchange resin; Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry