

ICP-AES 法测定低钇混合稀土组分

袁 甫 蔡文娣 裴蔼丽

中国科学院长春应用化学研究所

摘要 本文拟定 ICP-AES 直接测定低钇混合稀土组分的方法, 确定了适宜的测定条件。方法准确、快速、简便。样品分析结果与X-荧光光谱法及导数分光光度法相符。各元素测定相对标准偏差为 1.4~3.3%。

试验了用 ICP-AES法^(1,2)测定江西某矿低钇混合稀土(经分离提钇后)组分, 取得同X-荧光光谱法, 导数分光光度法基本一致的结果。为分离工艺流程的研究提供了可靠的分析数据。

实 验 部 分

一、仪器及工作条件

光谱仪: PGS-2 型二米平面光栅光谱仪。光栅

刻线 1302条/mm, 一级光谱色散率0.37 nm/mm, 闪耀波长 550 nm, 光栅转角读数 1420°, 狭缝宽 10 μ m, 单透镜照明, 光源1:1成像于狭缝上。

高频发生器: HFL-5000 D型晶体管射频发生器, 频率40.68MHz, 功率1.5 KW。

炬管: ICP-3 常规炬管。

雾化器: TR-30-A₃ Meinhard 同心玻璃雾化器, 去溶剂装置雾室外恒温300℃。

氦气流量: 冷却气18 L/min, 辅助气 0.8 L/min, 载气0.45 L/min (针阀前压强2.4 kg/cm²)。

溶液吸取量: 1.7 ml/min。

观察高度: 工作线圈以上20 mm。

曝光时间: 进样50秒后, 截取30秒曝光。

感光板: ORWO UVI型。

显、定影液: D-11显影液, 21℃ 3分钟显影, 快速定影液定透。

测微光度计: Zeiss MD-100型。

光谱数据处理: SHARP-5100可编程程序⁽³⁾ 计算机。

分析线 (nm): (不用内标, 不扣背景) L_a 370.582, Ce394.275, Pr396.526, Nd375.250, Sm370.842, Eu393.051, Gd348.262, Tb356.898

Dy340.814, Ho342.163, Er342.018, Tm353.621, Yb356.033, Lu350.747, Y345.095。

二、标准溶液的配制

按表1配制一套标准溶液, 溶液的盐酸浓度为5%。

三、分析样品含量的计算

当待分析样品溶液浓度已知时, 可先利用工作曲线(图1)算出某元素在溶液中的浓度, 再按下式算出其在样品中的百分含量。

$$C_x = \frac{C_i}{N} \times 100\%$$

C_x 一待测样品中某元素含量(%); C_i 一利用工作曲线算出该元素在溶液中的浓度($\mu\text{g/ml}$); N 一溶液中试样浓度($\mu\text{g/ml}$)。

表 1 混合稀土标准溶液含量表

元素氧化物 浓度 ($\mu\text{g/ml}$)	Gd	Nd Sm Er Yb	Ce	Eu	Dy	La	Pr Tb Ho Tm Lu	Y
标准号								
1	200	150	10	5	0	0	0	5
2	120	90	6	3	45	15	7.5	10
3	100	75	5	2.5	75	25	12.5	20
4	60	45	3	1.5	90	30	15	40
5	50	37.5	2.5	1.25	150	50	25	80
6	30	22.5	1.5	0.75	180	60	30	160
7	0	0	0	0	300	100	50	0
8								250

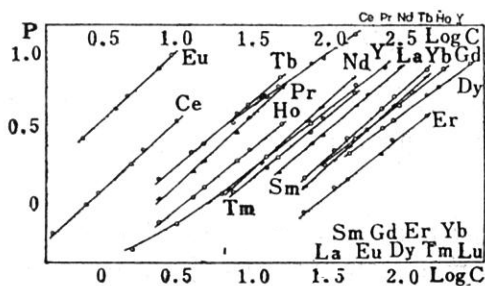


图 1 工作曲线

结果与讨论

一、载气流量的影响

对于一般的气动雾化器, 改变载气流量时必然引起提取率和有效提取率的变化。我们曾用一只雾

化参数为0.7 ml/min 流量雾化器, 在雾室一侧注入不同流量的外加载气, 得到的结果是, 随着外加载气流量的增大谱线强度普遍下降, 并认为有必要制成在更低的流量下仍能很好工作的雾化器⁽⁴⁾。也有人报导过对中央通道的同一部位载气流量为1.0 L/min时的激发温度比1.3 L/min时高⁽⁵⁾。

我们选用流量为0.50 L/min 的雾化器, 使流量在0.25—0.50 L/min范围内变化, 其提取率和有效提取率变化如图2。可见, 随着载气流量的增大, 提取率直线上升, 而有效提取率有一最高值。其谱线强度在相应的载气流量亦有一最高值(图3)。所以本文选用的雾化器最佳流量为0.45 L/min, 溶液提取率为1.7 ml/min。

二、去溶温度的影响

分别以去溶剂装置室外温度为0—300℃摄谱,

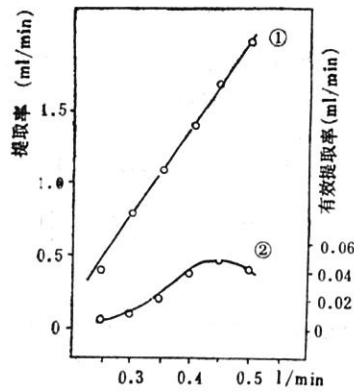


图 2. 载气流量对提取率和有效提取率的影响

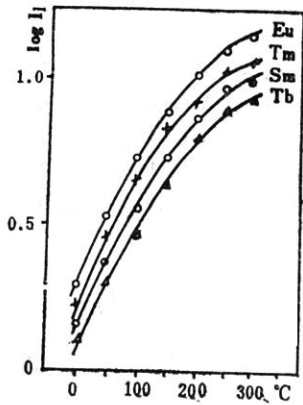


图 4. 去溶温度对谱线强度的影响

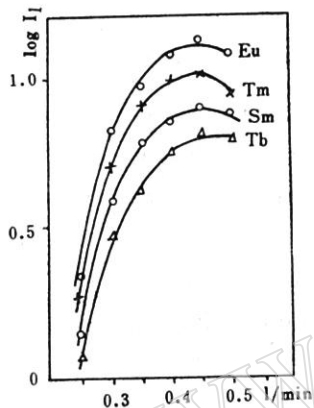


图 3. 载气流量对谱线强度的影响

其净的谱线强度变化如图 4。由此我们用自动控温仪，将去溶装置雾室外温度恒定在300℃。

三、样品分析和误差的统计

定量称取经850℃灼烧2小时后的待分析样品，配成浓度为1mg/ml，酸度为5%的溶液，按表1所列条件摄谱，测量。部分样品分析结果列于表2。其结果和X—荧光光谱及导数分光光度法的分析结果一致。其相对标准偏差在1.4~3.3%范围。

本法为江西某矿“低钇稀土全分离流程的研究”提供了准确可靠的分析数据。

表 2 分析结果对照*

测得含量(%) 样品号与 方法		元素 氧化物														
		La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Y
原4	ICP—AES	3.3	0.60	2.4	11.7	10.8	0.11	17.3	3.4	22.4	3.4	9.5	1.8	11.7	1.5	1.4
	X—荧光	2.7	0.70	2.6	12.6	9.9	0.10	17.4	3.8	22.4	3.0	9.4	1.6	11.4	1.4	1.1
	导数分光				2.3	12.0	9.5			23.3	3.4	9.7	2.1			
原5	ICP—AES	7.0	0.28	2.3	8.4	7.5	0.090	8.7	1.9	16.3	3.1	11.1	1.7	8.8	1.1	21.8
	X—荧光	7.1	0.32	2.2	9.1	7.4	0.090	8.4	2.0	15.4	3.2	11.7	1.7	8.8	1.1	21.6
	导数分光				2.1	8.8	6.9			15.7	3.3	11.9				
ICP—AES法的相对标准偏差(%)		2.4	2.6	2.4	2.6	1.6	2.1	2.3	1.4	2.0	1.5	2.5	1.8	1.8	1.8	3.3

* X—荧光和导数分光光度法数据分别为长春应化所贺春福和任英同志所提供。

参 考 文 献

- [1] J. A. C. Broekart, F. Leis and K. Laquik, *Spectrochim. Acta*, 36 B(2-3*), 37, 1979.
- [2] A. Boloton, J. Hwang and A. Vander Voet, *ICP Inf. News l.*, 7(10), 489, 1982.
- [3] 袁甫, 蔡文娣, 黄富育, 《分析化学》, 13(4),

306, 1985.

- [4] 黄本立, 吴绍祖, 王素文, 袁甫, 阎柏珍, 《分析化学》, 8(5), 416, 1980.

- [5] D. J. Kalnicky, V. A. Fassel, R. N. Kniseley, *Appl. Spectrosc.*, 31, 137, 1977.

(收稿日期: 1987年10月17日)

Determination of Composition in Minor Yttrium Rare Earth Mixtures by ICP-AES

Yuan Fu, Qi Wendi, Pei Aili

(Changchun Institute of Applied Chemistry, Academia Sinica)

A method for direct determination of composition in minor yttrium rare earth mixtures by ICP-AES has been developed. This method is more accurate, simple and rapid. Some main working parameters of ICP were measured. The results obtained are comparable with those of X-ray fluorescence spectroscopy and derivative spectrophotometry in other laboratories. The accuracy has been tested by sample No 4 with satisfactory results. The relative standard deviations were in the range 1.4—3.3%.