

氢化物发生-ICP/AFS同时测定矿石中的砷锑铋

陈全武 王芹香

地矿部岩矿测试研究所

摘要 砷锑铋属化探工作重要指示元素,目前多采用氢化物发生-AFS和AAS测定。本文采用氢化物发生-ICP/AFS同时测定矿石中砷锑铋,选择了仪器及灯组件的操作条件,产生氢化物的介质,试验了共存离子的影响。在本文条件下,砷锑铋检测限分别为30、5、15ppb。对300ppm砷,36ppm锑、40ppm铋的矿样测定10次,其标准偏差分别为6.7%、6.7%、6.8%。可用于>0.1ppm砷, >1ppm锑、铋的样品测定。

实验部分

一、仪器与试剂

ICP/AFS: 美国贝尔德公司

As、Sb、Bi 空心阴极灯/检测器组件:
美国贝尔德公司(As 空心阴极灯, 北京1412

所)

氢化物发生器: 贝尔德公司

标准溶液: 砷锑铋均为100 μ g/ml的15%
HCl溶液。

预还原剂: 5% 硫脲-5% KI混合液。

硼氢化钠：含1% NaOH 的 1 %NaBH₄ 溶液。

工作液：(1) 低浓度液 — 每 100 ml 15% HCl中含有 5 ml 预还原剂。(2) 高浓度液—2.0ppm As、0.5ppm Sb和1ppm Bi 混合液，介质同 (1)。

二、试验方法

在仪器指令条件下，测定低高浓度液荧光强度，计算检测限，选择仪器操作条件，在校正目录下，作低高浓度二点校正。在样品目录下，进行样品测定，在测定过程中，经常用高浓度液检查校正。

结果和讨论

一、仪器及灯/检测器组件操作条件

本文就射频功率、载气、冷却气及氢化物载气 (Ar) 流速及灯电流对荧光强度及检测限的影响进行试验，选择仪器操作条件如表 1。

表 1 仪器及灯/检测器组件操作条件

射频功率(W)		400
冷却气(Ar)流速(L/min)		10~12
载气(Ar)流速(L/min)		0.6~1.0
氢化物载气流速(ml/min)		0.8~1.0
灯电流(mA)	As	10
	Bi	12
	Sb	14

二、介质选择

实验表明在 10%—20% HCl 介质中，As、Sb、Bi 都有较高的灵敏度，且灵敏度因酸度变化引起的波动小。考虑到一般情况下多用王水分解样品，我们作了 15% HCl 中，NHO₃ 允许量的试验，结果表明：在 HCl 介质中，含 5 %HNO₃ 对 As、Sb、Bi 的测定无影响。

三、预还原剂的选择

前人工作，多采用硫脲-抗坏血酸或硫脲-KI 作 As、Sb 的预还原剂，经对比试验，认为这两种预还原剂的效果基本相同，

但硫脲-抗坏血酸易使炬管变黑，火焰稳定性变差，故选用 5 %硫脲-5 %KI 混合液为预还原剂，每20ml加1ml 混合液即可。

四、硼氢化钠浓度

本实验采用流动注入连续产生氢化物的方式，硼氢化钠浓度对氢化物生产率 and 火焰稳定性影响很大。试验发现浓度 <0.5% 产生氢化物少，使荧光强度降低，灵敏度变差。浓度大于 1.5%，反应强烈，产生大量氢气引入等离子体后，炬管火焰不稳定甚至熄灭。以 1 %NaBH₄ 为宜。

五、共存离子的影响

在硫脲-KI 存在下，20ml 体积中，下列离子存在量对 ppm 级 As、Sb、Bi 的测定不干扰：30mgAl, 20mgNa, 10mg Ca, 4 mgMg、K, 2 mg Pb、Ni、Zn、Co, 1 mgSn, 100μgSe、Te。毫克量 As、Sb、Bi 互相间不影响测定。大量铜存在，加入预还原剂后生成乳白色沉淀，影响测定。若多加预还原剂，则沉淀凝聚，经过滤即可测定。

六、矿样分析

取0.2000~0.5000g 样品于烧杯中，加 5 ml HCl, 1 ml HNO₃, 水浴上分解，蒸至 1~2ml 补加1:1HCl 2ml, 移入 20ml 比色管中，水定容，摇匀，待澄清，上机测定。分析结果如表 2。

表 2 分析结果对照 (ppm)

样号	As		Sb		Bi	
	本法	推荐值	本法	推荐值	本法	推荐值
GSS-5	388.1	412	41.0	37.0	37.8	41.0
-6	206.9	220	60.4	61	49.2	49
-7	5.8	4.8	0.45	0.42	—	0.2
-8	14.3	12.7	0.8	1.04	—	0.3
GSD-9	11.0	8.4	0.74	0.81	—	0.42
-11	208.3	188	13.2	14.9	53.9	50
-12	120	116	19.9	24.3	13.6	10.9

结束语

本法为一次取样同时测定三个元素,就其灵敏度而言,虽不如 EDL 激发-无色散原子荧光高,但它分析线性范围较宽,对较高浓度溶液,不用高倍稀释,减少了高倍稀释误差。

参考文献

〔1〕 郭小伟、杨密云《分析化学》,8(5),466,

1980。

〔2〕 Charles H. Branch and Dawn Hutchison, The Analyst, 110(2), 163, 1985.

〔3〕 毛振才、杨忠涛《岩矿测试》,5(3),209 1986。

〔4〕 Stephen J. Waton, The Analyst, 111(2) 225, 1986.

〔5〕 李秀香译《分析化学译刊》,85,1—2.

〈收稿日期:1988年4月21日〉

Simultaneous Determination of As, Sb and Bi in Rocks and Minerals by Hydride Generation-ICP/AFS

CHEN Jinwu and WANG Qinxiang

(Institute of Rock and Mineral Analysis, Ministry of Geology and Mineral Resources)

A method has been tested to determine As, Sb and Bi in rocks and minerals in a medium of HCl. Optimum measurement conditions, such as acidity, carrier and coolant gas flows, RF power and lamp current, have been chosen. Detection limits: 30 ppb for As, 5 ppb for Sb and 15 ppb for Bi.