

ICP-AES测定白钨矿中的十五种元素

张 静

新疆分析测试中心, 乌鲁木齐, 830011

摘要 样品用HCl分解, 并沉淀分离除去W, 除W后残渣碱熔, 合并液用ICPQ-1000型光量计同时测定Mg、Ca、V、Cr、Mo、Mn、Fe、Cu、Zn、Si、Al、Pb、Sr、Ba和P 15种元素, 各组份测定的RSD<10%。同时, 本文还讨论了测定中元素间的干扰效应。

关键词: 多元素测定, 白钨矿, ICP-AES法。

ICP-AES作为一种强有力的多元素同时分析手段, 在岩矿的分析测试中已得到充分重视。本文用ICPQ-1000型光量计同时测定白钨矿中次量和痕量元素15项, 测定结果与其它方法相符, 各组份测定($n=6$)的RSD<10%, 且方法快速。

实 验 部 分

一、仪器与工作条件

岛津 ICPQ-1000 型光量计。入射功率 1.2kW, 反射功率<5W, 冷却气流量 11 L/min, 辅助气流量 1.2 L/min, 载气流量

1.0 L/min, 观察高度在感应线圈上方 15mm, 积分时间 20s, 光栅刻线数 1920条/mm, 玻璃气动雾化器及双筒雾室。

二、试剂与标准溶液

1. 试剂均为分析纯以上, 二次交换水。

2. 标准系列 将光谱纯或优级纯的金属、金属氧化物或相应盐类制成含各元素 1mg/ml 的单标准储备液。再根据元素间干扰情况分组, 并逐级稀释配制混合标准系列, 溶液含 3% 的 HCl 及 2mg/ml 的 Na。表 1 列出了系列各组、各元素波长、高点浓度和测定下限。

表 1 元素组、波长、浓度和测定下限^①

分 组	元 素	波 长 (nm)	浓 度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	测定下限 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	分 组	元 素	波 长 (nm)	浓 度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	测定下限 ($\mu\text{g}/\text{g}$)
组 一	Cu	324.75	10	20	组 二	Ca	393.37	200 ^②	50
	Zn	206.20	10	20		Mg	279.55	10	1
	V	311.07	10	50		Fe	259.94	50	40
	Cr	267.72	10	20		Mn	257.61	10	10
	Mo	202.03	10	50		Ba	455.40	10	5
	Pb	220.35	10	100	组 三	Si	288.16	100	300
	Sr	407.77	10	1		P	213.62 ^③ $\times 2$	100	400
	Al	396.15	10	200					

① 测定下限为本法能定量测定的元素在样品中的最小含量。

② 钙工作曲线采用一元三次方程^[2]。

③ 磷采用二级光谱。

三、试液的制备^①

准确称取 0.2000 g 试样于 200ml 烧杯中, 用少许水润湿, 加 HCl 40ml, 90℃ 左右加热 1 h, 试样完全分解后, 加 10ml HNO₃, 蒸发至约 5ml, 加水 50ml, 稍热, 加 NH₄NO₃ 2 g, 煮沸, 保温 10min, 放置一夜。用致密滤纸过滤, 热 0.5% NH₄NO₃-2% HNO₃ 洗数次, 滤液用 200ml 容量瓶承接。用氨水溶解除 W, 残渣放入铂坩埚中灰化, 加 1 g Na₂CO₃ 熔融, HCl 浸取, 合并于 200ml 容量瓶中, 稀至刻度, 备用。

结果和讨论

一、样品的前处理

为了解酸分解样品的完全程度, 我们比较了用 HCl-HNO₃ 混酸和用 HF-王水-HClO₄ 混酸分解样品的测定结果。发现只用酸溶的方法不能使待测元素全部进入试液。能被 HCl-HNO₃ 混酸有效分解和提取的元素有 Pb、Ba、V、Zn、Cu 和 P, HF-王水-HClO₄ 混酸还能有效分解出 Ca 和 Al。并且测定结果与分解条件关系很大, 重复性较差。因此, 本文在酸分解白钨矿试样和除 W 后, 再碱熔残渣合并主液后进行测定, 取得良好效果。

二、干扰效应

由于碱熔引入了一定的 Na⁺, Na 作为易电离元素, 在 ICP 光源中对其它元素的测

表 2 校正因子

待测元素 干扰元素	Cu	Zn	Pb	Mo	Sr	P
Ca	0.000011	0.00013	0.00061	0.00020	0.00010	
Fe	0.000040					0.0013

表 3 分析结果^①

元 素	本 法 测 定							RSD (%)	其它方法 ^②
	分 次 测 定 结 果						平均值		
Mg	0.026	0.025	0.027	0.026	0.025	0.026	0.026	2.9	0.030
Ca	13.30	13.30	13.40	13.25	13.35	13.19	13.30	0.6	13.22
Si	1.00	1.04	0.99	0.97	0.86	0.94	0.97	6.4	1.02
Fe	1.12	1.11	1.13	1.11	1.10	1.11	1.11	0.9	1.11
Mo	0.42	0.41	0.41	0.40	0.42	0.41	0.41	1.8	—
Mn	0.20	0.21	0.21	0.21	0.22	0.20	0.21	3.6	0.22
Pb	0.12	0.11	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	3.4	0.11
Al	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0	—
Ba	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0	0.14
V	76.5	73.2	74.0	69.5	67.8	71.3	72.0	4.4	—
Zn	129	137	132	130	136	134	133	2.4	—
Cu	114	118	117	116	116	113	116	1.6	114
Sr	115	118	117	115	116	114	116	1.3	—
Cr	15.5	16.8	19.7	18.3	15.7	16.5	17.1	9.5	—
P	490	478	516	502	510	480	496	3.2	—

① 从 Mg—Ba 结果为 %, V—P 结果为 (μg/g)。

② Ca、Si 为化学法, 其余为 AAS。

定产生电离干扰,当 Na^+ 在试液中含量小于 1mg/ml 时,这种影响并不明显^[3]。而本方法中 Na^+ 含量达到约 2mg/ml ,我们通过标准与样品溶液的匹配来减小这种影响。

试液中较高含量的Ca和Fe对部分元素测定有一定干扰,应加以校正。根据元素间干扰系数法,我们测出了Ca和Fe对待测元素的干扰曲线,求出回归方程。表2列出了干扰曲线符合一元线性回归方程的校正因子。

Ca对Al的干扰曲线的回归方程^[4]:

$$Y = -0.000013X^2 + 0.013X + K$$

其中Y为干扰量,X为干扰元素含量,K为经验常数。

三、分析结果

表3列出了分析结果。与化学法对照数

据基本吻合,Cr含量在其测定下限附近,故其测定结果的RSD稍大,为9.5%,其它元素测定结果的RSD均小于7%。

四、结论

用ICP-AES测定白钨矿中的上述15种元素是可行的,方法快速、准确、精密度好,可以满足白钨矿分析要求。

参考文献

- 〔1〕 岩石矿物分析编写小组,《岩石矿物分析》,地质出版社,P436—456;P738—741,1974。
 - 〔2〕 张静,杨黎,《分析试验室》,7(3),60,1988。
 - 〔3〕 《光谱学与光谱分析》编辑部,《ICP光谱分析应用技术》,北京大学出版社,P150—154,1982。
 - 〔4〕 张静,《分析试验室》,5(4),62,1986。
- 〈收稿日期:1989年11月27日〉

Determination of Fifteen Elements in Scheelite by ICP-AES

Zhang Jing

(Xinjiang Analytical and Testing Centre, 830011)

A simple and rapid method for the determination of Mg, Ca, V, Cr, Mo, Mn, Fe, Cu, Zn, Si, Al, Pb, Sr, Ba and P in scheelite by ICP-AES is described. Pretreatment methods for the samples are discussed. Spectral interferences on other elements by Ca and Fe are examined and the correction factors and regressive equation given. The RSD of analytical results are 0—9.5%.

Key words: Determination of multielement, scheelite, ICP-AES.