

成果与方法

ICP - OES 测定地球化学样品中 La, Y, Ba

赵庆令, 武殿喜, 唐洪敏, 徐兴臣, 马强

(山东省鲁南地质工程勘察院, 山东 兖州 272100)

摘要:水系沉积物、土壤等试样用 HF - HCl - HNO₃ - HClO₄ 混酸消解后, 以 8% (V/V) HNO₃ 溶解干渣, 建立了测定地球化学样品中 La, Y, Ba 3 种微量元素的电感耦合等离子体发射光谱 (ICP - OES) 方法。方法测定限 ($\mu\text{g/L}$, 10SD) 为: La 6.0, Y 1.0, Ba 1.0。精密度 (RSD%, $n = 11$) 为: 0.20 ~ 1.50, 经国家一级地球化学标准物质的分析验证, 结果与标准值吻合, 该方法现已用于区域化探试样的分析。

关键词:电感耦合等离子体发射光谱; 地球化学样品; La, Y, Ba

中图分类号: P599

文献标识码: A

地质样品中 La, Y, Ba 的分析通常采用分光光度法和原子吸收法进行测定^[1]。分光光度法分析流程长, 应用试剂多, 操作繁琐; 原子吸收法则存在线性范围窄, 检出限高等缺点。ICP - OES 法由于具有检出限低, 线性范围宽, 精密度好, 基体干扰小, 可多元素同时测定, 分析速度快等特点^[2], 是一种理想的多元素分析方法。该文研究了用 HF - HCl - HNO₃ - HClO₄ 混酸消解地球化学样品, 用去离子水定容后直接以 ICP - OES 法测定 La, Y, Ba。在所选仪器最佳条件下, 测定限 ($\mu\text{g/L}$, 10SD): La 6.0, Y 1.0, Ba 1.0。经对国家一级标样测定其结果与标准值非常吻合。RSD% ($n = 11$): La, Y, Ba 均在 0.20 ~ 1.50 之间。该方法测定结果准确可靠、简便快捷。

1 实验部分

1.1 仪器及工作参数

ICP - OES Thermo 6300 全谱直读光谱仪, CID (电荷注入检测器), iTEVA 操作软件。

仪器操作参数条件。发射功率为 1 150 W; 垂直观测高度为 15 mm; 蠕动泵泵速为 50 rpm; 试液冲洗时间为 30 s; 冷却气流量一般; 辅助气流量为 0.5 L/min; 载气压强为 0.2 Mpa; 积分时间为 7 s。

选用的元素波长: La 412.323 nm; Y 371.03 nm; Ba 455.403 nm。

1.2 试剂及材料

盐酸、硝酸、高氯酸为优级纯, 氢氟酸为分析纯。二次纯化水 ($18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$); 高纯氩气 (>99.99%)。

1.3 标准溶液的制备

La, Y, Ba 各元素的标准储备溶液均采用光谱纯 (>99.99%) 的金属或金属盐按分析化学手册中方法配制。

钡标准储备液 [$\rho(\text{Ba}) = 1.000 \text{ mg/mL}$] 称取 1.5160 g 已经 105℃ 干燥后的光谱纯无水氯化钡, 置于 100 mL 烧杯中, 加入 50 mL 水及 10 mL 盐酸溶解后, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

镧标准储备液 [$\rho(\text{La}) = 1.000 \text{ mg/mL}$] 称取 1.1728 g 已经 800℃ 灼烧干燥过的光谱纯氧化镧, 置于 100 mL 烧杯中, 用水湿润, 加入 10 mL 盐酸微热溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

钇标准储备液 [$\rho(\text{Y}) = 1.000 \text{ mg/mL}$] 称取 1.2699 g 已经 900℃ 灼烧干燥过的光谱纯氧化钇, 置于 100 mL 烧杯中, 用水湿润, 加入 10 mL 盐酸微热溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇

* 收稿日期: 2007 - 07 - 23; 修订日期: 2007 - 12 - 16; 编辑: 陶卫卫

作者简介: 赵庆令 (1983 -), 男, 山东单县人, 助理工程师, 主要从事 ICP - OES 分析研究工作。

匀,备用。

根据相互有化学或光谱干扰的一些元素不能放在一起的原则,配制成3组介质为8%硝酸的标准溶液(表1)。

表1 标准溶液分组及元素浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)

编号	元素	浓度
1	8%硝酸溶液	空白
2	Ba	6
3	La, Y	2

1.4 样品处理

称取0.2500 g样品于聚四氟乙烯坩埚中,用少量二次纯化水润湿,加1 mL高氯酸,10 mL盐酸,在红外控温电热板上于110℃加热30 min,取下稍冷后,加3 mL硝酸,待剧烈作用停止后,加5 mL氢氟酸,在红外控温电热板上于180℃加热分解,并蒸至高氯酸白烟冒尽,趁热加入4 mL硝酸溶解盐类,冷却后定容到50 mL容量瓶,摇匀,上机测定。

2 结果与讨论

2.1 操作条件的选择

以辅助气流速、载气压强、泵速、观察高度和射频发生功率为考察因素,作5因素4水平 $L_{16}(4^5)$ 正交试验,试验发现,谱线强度随发生器功率的增加而增加,这有利于改善测量的精度,但随高频功率的增加,谱线的背景强度也随之增强,信背比下降,且功率过大易烧坏炬管。

2.2 元素分析线的选择

根据全谱仪每个元素可同时选择多条谱线的特点,同时考虑到共存元素的相互干扰,每个元素先选择2~4条谱线进行测定,最后选择出合适的分析线及扣背景点(图1~3)。

2.3 测定限、准确度及精密度

各元素测定限按IUPAC推荐测定方法计算($K=10SD, n=11$),各元素测定限($\mu\text{g}/\text{L}$):Ba 1.0, La 6.0, Y 1.0。利用该方法分析了国家一级地球化学标准物质,数据结果见表2。

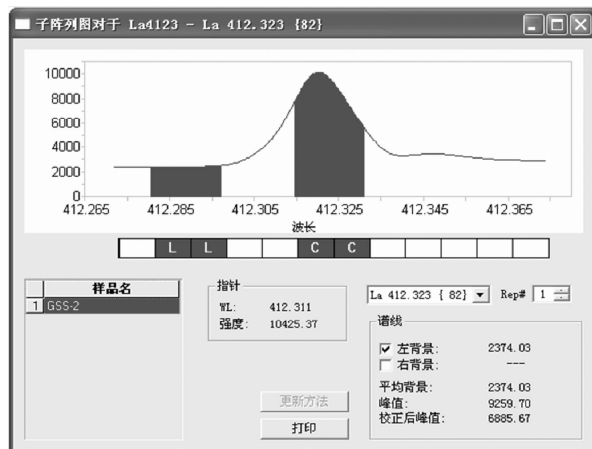


图1 地球化学样品中元素La的图谱

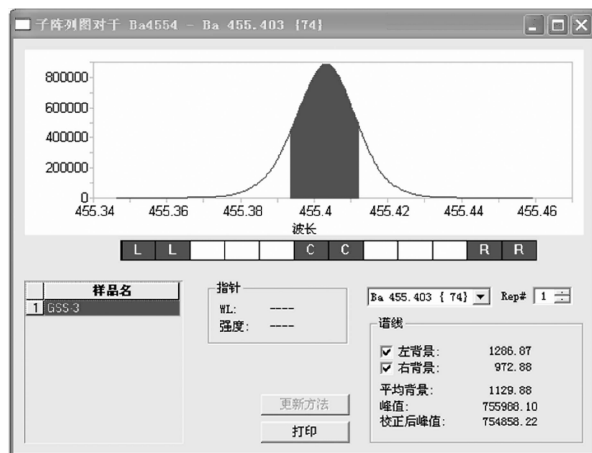


图2 地球化学样品中元素Ba的图谱

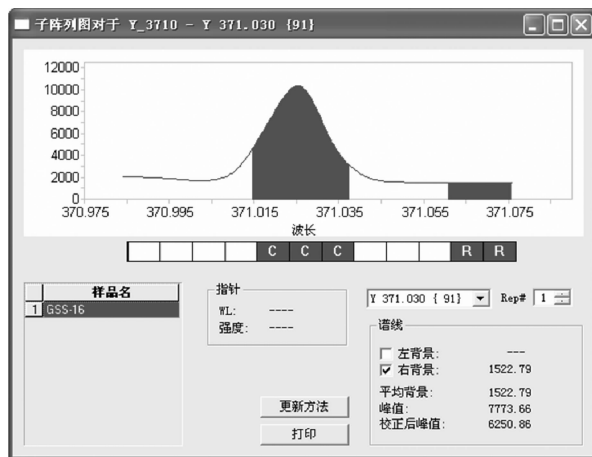


图3 地球化学样品中元素Y的图谱

表2 方法准确度及精密度 ($\mu\text{g/g}$)

标准号	Ba 455.403			La 412.323			Y 371.030		
	标准推荐值	测定平均值	RSD%	标准推荐值	测定平均值	RSD%	标准推荐值	测定平均值	RSD%
GSS-2	930 ± 52	921.7	0.92	164 ± 11	163.5	1.19	22 ± 2	22.37	0.61
GSS-3	1210 ± 65	1215	0.86	21 ± 2	19.47	1.36	15 ± 2	14.64	0.52
GSS-7	180 ± 27	184.95	1.01	46 ± 5	49.33	0.54	27 ± 4	30.33	0.23
GSS-11	634 ± 10	626.8	0.68	34 ± 2	32.49	0.82	23.6 ± 0.7	23.61	0.38
GSS-15	716 ± 16	707	0.49	47 ± 2	47.19	0.81	33 ± 2	33.52	0.39
GSS-16	411 ± 18	416.4	0.87	67 ± 3	68.18	0.54	38 ± 3	39.28	0.74

3 结论

ICP-OES方法简单、快速、准确、可靠,样品用混酸消解后经8% (V/V) HNO_3 稀释可同时进行地球化学样品中La, Y, Ba的测定,优于分光光度法和原子吸收法,具有分析实用价值,已用于区域化探试样的分析。

致谢:该文在撰写过程中,山东省地质科学实验

研究院张广隆教授和青岛科技大学化学学院文丽荣教授给予了帮助,在此表示感谢。

参考文献:

- [1] 李连仲,马光祖,王家析,等.岩石矿物分析[M].北京:地质出版社,1991,263.
- [2] 何晋浙. ICP-AES法在元素分析测试中的应用技术[J].浙江工业大学学报,2006,34(1):539-541.

Determination of La, Y and Ba in Geology Samples by inductively coupled argon plasma optical emission spectrometers

ZHAO Qing-ling, WU Dian-xi, TANG Hong-min, XU Xing-chen, MA Qiang
(Lunan Geo-engineering Exploration Institute, Shandong Yanzhou 272100, China)

Abstract: An inductively coupled argon plasma optical emission spectrometers (ICP-OES) method is established to determine 3 microelements, such as La, Y and Ba. The geochemical samples were prepared by decomposing with the mixture of HF-HCl- HNO_3 - HClO_4 , and then dissolving the residue with 8% (V/V) HNO_3 . Determination limit of this method is in range of 1~6 $\mu\text{g/L}$ (10SD), La 6.0, Y 1.0 and Ba 1.0. The precision degree is 0.20~1.50 (RSD%, n=11). The analysis results were in good agreement with the certified values. The method has been applied in analyzing regional geochemical survey samples.

Key words: ICP-OES; geochemical samples; La, Y, Ba