

# 用顺序电感耦合等离子体发射光谱法测定 硅酸盐岩矿中的稀土元素和钇

P.Roychow Dhury等

**·摘要·**本文介绍了用电感耦合等离子体发射光谱法( ICP-AES ) 测定硅酸盐岩矿中微量稀土元素( REE ) 和钇, 包括用氢氟酸和过氯酸热分解岩矿试样, 随即用钙作载体以草酸盐形式沉淀。将草酸盐沉淀灼烧成氧化物, 然后把它溶于稀硝酸中, 用此溶液进行ICP-AES 测定, 测定时用纯REE 溶液作校准标样。该法应用于测定若干标准参考物料中的REE, 并把所得结果与报道值作了比较, 也已用于测定三种不同的硅酸盐岩矿试样中的REE 和Y。

稀土元素( REE ) 资料对于地球化学研究的重要性是大家公认的。多年来, 只有两种分析技术( 即中子活化分析法( NAA ) 和同位素稀释质谱法( IDMS ) ) 可用于测定岩石和矿物中的球状陨石丰度含量的REE, 但这些技术的使用仍被限制在少数条件优越的实验室, 主要是因为要采用这类技术需要有设备与专门技术。电感耦合等离子体原子发射光谱法( ICP-AES ) 的出现为稀土分析开创了一个新纪元, 业已报道了关于用ICP-AES 测定REE的一些研究<sup>2-4</sup>。与其它光谱法相似, ICP-AES 有时要有一个化学分离和富集步骤, 以达到所要求的检测极限, 并消除干扰。通常采用的预富集法全部都是基于离子交换色谱法, 但都不是不受限制的。久已知道用草酸盐沉淀法使REE 成群地与伴生元素分离, 但尚未专门研究把其应用于微量REE 的测定。Carroll 等人曾观测到, 如果用钙作载体, 从均相溶液中沉淀, 则轻REE 可与草酸盐从溶液中定量地沉淀出来。他们也观察到, 在其实验条件下, 重REE 不能定量地沉淀出来。那时, REE 与作为载体的钙分离也是一个难题, 这就是与用任何光谱法的最后测定值有较大关系的一个原因。因此, 为了使该技术可用于测定微量REE, 已有极少数关于改进或提高草酸盐沉淀法的研究。我们已观测到, REE (包括重稀土) 当用钙作载体时, 可以定量地以草酸盐的形式沉淀出来, 而且在REE 和钇的ICP-AES 测定时, 不会引起任何明显的光谱干扰。这些观测结果促使我们再次研究草酸盐沉淀法对于用ICP-AES 法测定微量REE 的可应用性, 并把所

得结果报道于此。本法极为简单且相对地说无干扰, 它使得能够测定硅酸盐岩矿中ug/g 含量的REE 和钇, 具有比较好的精确性和准确性。

## 一、实 验

**1. 试剂。** 氧化物( 光谱纯 ) 溶于稀硝酸, 配制稀土元素和钇的标准溶液100 $\mu$ g/ml。配制时, 把氧化物与焦硫酸钾一起放在石英坩埚中熔化后, 才加到溶液中去。使用之前, 按要求进一步稀释。研究的稀土元素是镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镝、钬、铒、铥、镱和镥。把碳酸钙( 保证试剂级 ) 溶于稀盐酸中, 配制钙溶液( 10.0 mg/ml )。使用的全部其它化学药品都是保证试剂纯的。

**2. 仪器。** 为JY-38型顺序式ICP-AES 仪器, 操作条件列于表1。用顺序稀释贮备标准液配制的REE 和钇工作标准溶液进行了校准。

表1 仪器与工作条件

ICP-AES仪器	Jobin yvon Jy38, 顺序, C-T扫描单色器, 全息照相光 栅, 3600纹/mm, 焦距1.0mm
RF发生器	56MHz, 功率2kW
等离子体喷灯	石英, 外径28mm
气流	等离子体气流20L/min 冷却气体( 0.4L/min ) 载气0.35L/min
喷雾器	气动的
抽样	1ml/min
观察高度	在负载圈以上14mm
冲洗/积分时间	每次10Sec

(待续)