

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

• 提要 • 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²⁻⁴。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。Carron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 $\mu\text{g/g}$ 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 $100\mu\text{g/m}$ 。配铈时,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、镱、镱、铟、铪、铌、钼、锆、铯、钡、镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、镱、铟、铪、铌、钼、锆、铯、钡。把碳酸钙(保证试剂级)溶于稀盐酸中,配制钙溶液(10.0mg/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)