

ICP-AES 测定金红石中的二氧化锆、 三氧化二铁、二氧化硅含量^①

吴天良^② 庞书南 苏丽

(海南出入境检验检疫局技术中心 海口市海秀西路 165 号 570311)

摘要 叙述了 ICP-AES 测定金红石中二氧化锆、三氧化二铁、二氧化硅含量的方法。将样品用过氧化氢-氢氧化钠混合熔剂熔融, 采用基体匹配扣除基体干扰, 被测杂质元素不用分离, 直接测定。

关键词 金红石; 电感耦合等离子体-原子发射光谱法; 基体干扰

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1004-8138(2010)04-1294-03

1 引言

海南省有漫长的海岸线、有丰富的海滨砂矿资源。据有关资料显示, 海南省海滨砂矿储量约占全国的 70%, 金红石是众多海滨砂矿中的一种, 由于金红石在工业生产、日常生活中有广泛的用途, 故人们对金红石的需求量也越来越大, 对金红石品质要求也越来越高。在对金红石成品的检验中, 除对主元素 TiO_2 的检验外, 对铁、锆、硅等杂质元素的检测也必不可少。传统方法对铁、锆、硅等的检验, 通常采用化学法进行^[1-3], 检验方法手续繁琐, 各个元素测定要分开进行、试剂用量大、检验周期长, 不能满足出口检验要求。

电感耦合等离子体发射光谱法具有灵敏度高、检出限低、精密度好、线性范围广、基体效应小、可同时或顺序测定多种元素的优点, 因而在地质、环保、化工、食品和科研等领域已得到广泛的应用^[4]。然而有关用 ICP-AES 测定金红石中二氧化锆、三氧化二铁、二氧化硅含量的报道我们目前还没见到。本文研究了用高纯二氧化钛(99.999%)进行基体匹配消除基体干扰, 待测杂质元素不经分离直接测定的方法。该方法操作简单、快速、精密度和准确度良好。方法的杂质回收率在 95%—105% 之间, 可用于日常进出口商品检验。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

2.1.1 仪器

POLYSCAN II 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 TJA 公司)。

工作参数: 高频功率 1150W; 冷却气流量 14L/min; 辅助气流量 1.0L/min; 载气流量 0.5 L/min; 雾化器压力 206kPa; 观测高度 16mm; 蠕动泵速度 100 μ L/min; 积分时间 10s; 积分次数 3 次。

① 2008 年度海南省自然科学基金项目(808167)

② 联系人, 电话: (0898) 68616258; 传真: (0898) 86816206; E-mail: wutianliang138@163.com

作者简介: 吴天良(1963—), 男, 海口市人, 高级工程师, 主要从事分析化学检测工作。

收稿日期: 2010-01-11; 接受日期: 2010-03-16

2.1.2 试剂

除特别声明外, 本方法所用的试剂均为分析纯试剂, 实验用水符合 GB/T 6682-2008^[5] 的规定。

高纯二氧化钛(99.999%); 过氧化钠; 氢氧化钠; HCl(1+1); H₂SO₄(1+1); NCS 国家标准溶液: Fe(1000μg/mL); NCS 国家标准溶液: Zr(1000μg/mL); NCS 国家标准溶液: Si(1000μg/mL)。

2.2 实验方法

2.2.1 样品处理

试样需预先研磨至过 200 目筛网。

称取 0.1000g 试样于 30mL 铂坩埚中, 加入过氧化钠 0.6g 及氢氧化钠 0.3g, 混匀, 置于 520℃ 的高温炉中熔融 15min, 取出冷却。置于预先加入 50mL HCl(1+1) 及 5mL H₂SO₄(1+1) 的 250mL 烧杯中。加热使熔块溶解, 用水洗出坩埚, 移入 200mL 容量瓶中用水定容。

——编者按: 此段样品处理似不太妥。因为贵重物品铂坩埚会受 Na₂O₂ 腐蚀甚至穿孔。

作者答: 在 520℃ 下如此处理不会使铂坩埚腐蚀。

2.2.2 校准曲线

称取 4 份 0.0900g 高纯 TiO₂ 于 30mL 铂坩埚中, 加入过氧化钠 0.6g 及氢氧化钠 0.3g, 混匀, 置于 520℃ 的高温炉中熔融 15min, 取出冷却。置于预先加入 50mL HCl(1+1) 及 5mL H₂SO₄(1+1) 的 250mL 烧杯中。加热使熔块溶解, 用水洗出坩埚, 移入 200mL 容量瓶中。

在上述 4 个容量瓶中分别加入 0.00, 1.00, 2.00, 3.00mL 的硅、铁、锆标准溶液(1000μg/mL), 用水定容至刻度, 摇匀, 制成校准曲线溶液。

2.2.3 测定

将校准曲线溶液及样品溶液引入 ICP 进行测定。仪器自动绘制校准曲线并计算分析结果。

3 结果与讨论

3.1 分析线的选择

本方法各被测元素的固定道谱线灵敏度高, 相互干扰较少, 因此均采用固定道谱线: Fe: 259.9nm, Si: 212.4nm Zr: 339.2nm。

3.2 基体对杂质元素分析线的干扰

为了检验 TiO₂ 基体对杂质元素的干扰情况, 我们对金红石样品进行扫描, 从扫描图上看基体对杂质元素 Fe、Zr、Si 干扰不大, 采用基体匹配后, 基体干扰可消除。

3.3 检出限

根据 IUPAC 的规定, 检出限用除待测元素以外的全部试剂作为空白溶液, 用 3δ 计算, 测得各元素的仪器检出限。本方法在仪器优化的工作条件下, 用与试样同样操作得到的试剂空白溶液连续积分 11 次, 根据积分信号计算出标准偏差, 并按上述公式求出各元素的仪器检出限(μg/mL) 分别为: Fe: 0.012, Zr: 0.015, Si: 0.036。

3.4 回收率与精密度实验

称取 0.1000g 试样(样品号: 200901359), 加入各被测元素 Fe(1000μg)、Zr(500μg)、Si(2000μg), 按实验步骤 2.2 进行实验, 结果如表 1。

表 1 回收率试验

分析元素	Fe	Zr	Si
样品原含量(%)	1.32	0.46	2.08
加标量(%)	1	0.5	2
加标测定值(%)	2.34, 2.35, 2.35	0.94, 0.95, 0.96	4.12, 4.14, 4.10
回收率(%)	102, 103, 103	96, 98, 100	102, 103, 101

将金红石标样(德国生产,编号:5802290306)当做未知样品进行检测,结果如表 2。

表 2 精密度试验

成分	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	SiO ₂
标准值(%)	0.629	1.60	2.04
	0.630	1.58	2.03
	0.625	1.62	2.06
	0.626	1.61	2.03
	0.634	1.65	2.05
测定结果(%)	0.620	1.55	2.08
	0.628	1.63	2.09
	0.636	1.62	2.04
	0.624	1.60	2.06
	0.623	1.61	2.05
	0.624	1.56	2.07
标准偏差 SD	0.00503	0.0313	0.0201
相对标准偏差 RSD(%)	0.8027	1.952	0.9782

4 结论

本文采用基体匹配法消除了基体 TiO₂ 对杂质元素的谱线干扰,建立了 ICP-AES 直接测定金红石中杂质元素的方法,方法简单、快速、精密度和准确度良好,目前已应用于日常进出口检验。

参考文献

- [1] 中华人民共和国冶金部标准.高钛渣、金红石化学分析方法 重铬酸钾容量法测定全铁量[S].YS/T 514.2-2006.北京:中国标准出版社,2006.1-3.
- [2] 中华人民共和国冶金部标准.高钛渣、金红石化学分析方法 重量法测定二氧化硅量[S].YS/T 514.7-2006.北京:中国标准出版社,2006.1-3.
- [3] 王英,杨毅,何创等.高钛物料中二氧化硅的测定方法改进[J].云南冶金,2007,36(3):71-74.
- [4] 金丽,孟红,杜英林.ICP-AES 法测定矿石中的二氧化钛[J].吉林地质,2008,27(1):83-85.
- [5] 中华人民共和国国家标准.分析实验室用水规格和试验方法[S].GB/T 6682-2008.北京:中国标准出版社,2008.1-11.

Determination of Zirconium Dioxide, Ferric Oxide and Silicon Dioxide in Rutile by ICP-AES

WU Tian-Liang PANG Shu-Nan SU Li

(Hainan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau Technology Center, Haikou 570311, P. R. China)

Abstract The quantitative analysis of zirconium dioxide, ferric oxide and silicon dioxide in rutile by ICP-AES with sodium peroxide-sodium hydroxide mixed flux fusion sample pretreatment was performed. The method of matrix matching subtracting matrix interference was introduced. The measured elements are determined directly without separation.

Key words Rutile; ICP-AES; Matrix Interference