

单道扫描式 ICP-AES 直接测定稀土微肥中的稀土元素

付 昀 王文桂

(中国科学院昆明生态研究所, 昆明市教场东路 25 号, 650223)

(1992 年 11 月 28 日收到)

Study on Single Channel Scan Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry Determination Rare Earth Elements in Soil and Trace Element Fertility

Fu Yun and Wang wengui

Kunming Institute of Ecology, Academia Sinica, China, No. 25, Jiaochangdonglu, Kunming 650223, P. R. China

Abstract

The determination of rare earth elements effected by spectral interference, base effect, nebulizer pressure and different power, according to characteristics of the Single Channal Scan ICP-AES were studied. It is a convenient and reliable method to determine rare earth elements in soil and trace element fertilizer, directly this meothed does not need any sepration and getting rich.

Keywords: ICP-AES; Soil; Rare Earth Element.

摘 要

本文从单道扫描式 ICP-AES 的特点出发, 研究光谱干扰、基体效应、喷雾压力、不同功率对测定稀土元素的影响。不需复杂的分离、富集, 直接测定稀土微肥中的稀土元素, 方法简便, 可靠。

关键词: ICP-AES; 土壤; 稀土元素。

一、前 言

ICP-AES 用于分析稀土元素的研究已屡见不鲜^[1-3]。本文拟从单道扫描式 ICP-AES 的特点出发, 研究光谱干扰、基体效应、喷雾压力、不同功率对测定稀土元素的影响。

二、实验部分

(一) 仪器和主要试剂

1. 仪器: 美国实验仪器公司 IL Plasma-200 型, 单通道连续扫描式电感耦合等离子体原子发射光谱仪^[4]。

2. 试剂: 高纯稀土元素氧化物, 用盐酸 (1+1) 25 毫升溶解, 配成 500 毫升, 1000ppm 稀土溶液备用。其它标准液从储备液中吸取。

(二) 稀土元素相互间的光谱干扰

发挥单道扫描式 ICP-AES 灵活选择谱线的特点。对某一稀土元素如 Er, 首先选择最灵敏的一条谱线 323.06 纳米, 用其它 15 种单一的、浓度为 20ppm 的稀土元素, 在 Er 的这条灵敏线上扫描, 发现 Sm 对这条谱线有干扰, 如图 1, 则这条谱线不可取。重选一条谱线 326.48 纳米, 20ppm 的 Tm 在其左侧有一小峰, 却是在观测窗口之外, 对 Er 的测定无影响, 其它稀土元素对它也没有任何干扰, 所以 326.48 纳米这条谱线可取, 如图 2。如法炮制, 选择其它 15 种稀土元素的谱线, 便可排除稀土元素相互间的光谱干扰。

(三) 基体元素的干扰

本实验的下一步是测定土壤中的稀土元素。土壤中常存的大量元素硅、铁、铝, 微量元素钙、镁、锌、铜、锰。这些元素的谱线的无疑会干扰稀土元素的谱线, 把这些基体元素配成单一的、浓度为 1000ppm 的溶液, 在稀土元素的分析线上扫描, 若干扰, 重选稀土元素的分析线。这样也就排除了基体元素的干扰。

(四) 工作条件的选择

基于以上两点, 选定了十六个稀土元素的分析线, 根据基线的漂移情况选择了背景校正。观测高度可分别按元素各自选取, 由微机按信背比最大自动选择最佳值, 选择结果见表 1。

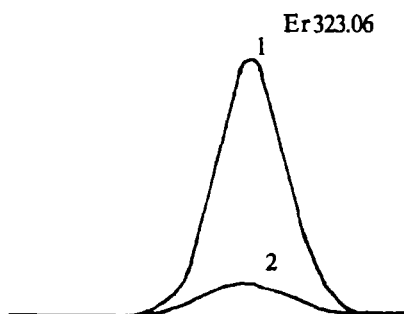


图 1 Sm 对 Er 的干扰图

1——20ppm Er; 2——20ppm Sm

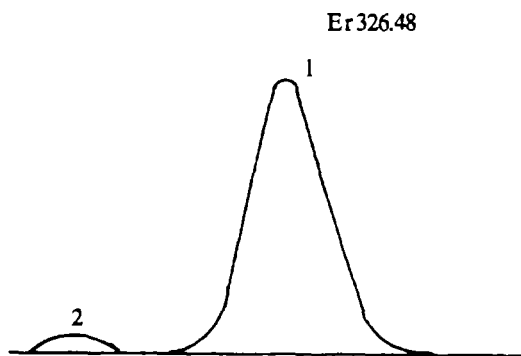


图 2 Er 无干扰图

1——20ppm Er; 2——20ppm Tm

(五) 检测限的测定

本方法的检出限以 0.3 摩尔/升, HCl 空白溶液测定, 以 3σ 计算, 结果列于表 2。

(六) 不同功率、喷雾压力对测定的影响

本仪器有五个功率档次, 它与经过炬管的冷却气流量有关, 关系如下表 3。

在 1、2、3、4、5 这五种功率档次下测定两个标准溶液, 回收率均在 90—110% 之间, 也就是说功率、冷却气流量基本不影响测定, 在以下测定过程中折衷选择 3, 即功率为 1.2 千瓦, 冷却气流量为 13 升/分钟。同样, 在三种雾化压力情况下: 1.4 千克/厘米²; 2.1 千克/厘米²; 2.8 千克/厘米², 测定

了两个标液,回收率也是在 90—110%之间,说明雾化压力为 1.4—2.8 千克/厘米²时,雾化器能令人满意地工作。

表 1 稀土元素测定条件的选择

元素	Sm	La	Pr	Ce	Nd	Eu	Gd	Tb	Dy	Lu	Ho	Tm	Er	Sc	Yb	Y
波长 (纳米)	446.7	428.7	400.9	418.7	386.3	381.9	342.3	350.9	353.2	261.5	345.6	313.1	326.5	361.4	328.9	371.0
观测高度 (毫米)	12	12	14	14	12	16	14	12	14	14	14	16	14	12	14	12
背景 校正	3	3	3	3	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
积分时间 (秒)	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0

表 2 检测限值

元素	Sm	La	Pr	Ce	Nd	Eu	Gd	Tb	Dy
检测限 (ppm)	0.156	0.144	0.177	0.186	0.495	0.015	0.033	0.054	0.030
元素	Lu	Ho	Tm	Er	Sc	Yb	Y		
检测限 (ppm)	0.012	0.033	0.018	0.051	0.027	0.015	0.012		

表 3 功率与冷却气流量的关系

功率档次	功率(千瓦)	冷却气流量(升/分钟)
1	1.0	13
2	1.1	13
3	1.2	13
4	1.2	18
5	1.4	18

(七) 标准回收实验

配两组合成液,其中稀土元素含量为 10ppm、1ppm,硅、铁、铝、钠含量为 1000ppm,钙、镁、锌、铜、锰为 200ppm,回收率及相对标准偏差的结果如下表 4。

表 4 测定的回收率及相对标准偏差

元素	Sm	La	Pr	Ce	Nd	Lu	Ho	Tm	Er	Sc	Yb	Y	Eu	Gd	Tb	Dy
回收率(%) 加入量 10ppm	96.8	96.1	93.5	95.2	99.5	93.7	97.2	91.6	97.1	91.7	92.9	97.0	89.4	91.2	93.9	101.9
回收率(%) 加入量 1ppm	90.4	87.3	86.5	95.7	90.7	90.5	88.1	97.1	86.9	95.3	91.0	90.4	95.6	102.5	96.0	89.8
RSD(%)	1.2	0	2.7	1.5	0.3	0.6	0.1	0.5	0.5	0.3	0.8	0.4	0.3	0.9	1.3	1.0

(八) 稀土微肥的测定

准确称取“微肥”、“农乐”两种稀土微肥

50 毫克,用去离子水溶解,定容 50 毫升,测定结果如下表 5。

表 5 微肥中稀土测定结果(单位毫克/克)

元素	Eu	Gd	Tb	Dy	Lu	Ho	Tm	Er	Sc	Yb	Y	Sm	La	Pr	Ce	Nd
微肥	0.79	5.40	2.00	0.51	<DL	<DL	0.25	0.94	0.24	0.03	1.33	13.4	90.9	16.3	158	32.8
农乐	0.95	6.66	2.42	0.59	<DL	<DL	0.09	<DL	0.27	<DL	1.54	13.4	107	19.1	192	39.5

三、结果与讨论

1. 从实验的回收率、相对标准偏差可看出本方法的准确度和精密度是很好的。

2 单道扫描式 ICP-AES 装有的扫描

图解显示,可将待测元素及可能产生干扰的元素逐一扫描,将所有扫描的图象显示在同一画面上,可直观地判断有无光谱干扰,从而灵活选择待测元素的分析线。不需分离,直接测定稀土微肥中的所有稀土元素,方法简便、可靠。

参 考 文 献

- [1] 郑春荣、沈壬水,光谱学与光谱分析,4,32(1988)。
- [2] 杨金夫,曾宪津,黄本立,光谱学与光谱分析,3,25(1989)。
- [3] 张永盛,谭雪英,杨世德,光谱实验室,8(1/2),10(1991)。
- [4] 王文桂,第三届原子光谱学术讨论会论文集,10,(福州)(1988)。

小知识

盐水“煽动”空调

盐水似乎与空调器风马牛不相及,但英国的科学家却将廉价盐水用于高效空调。大千世界可真是奇妙——

建筑物中配备各种各样的冷、热调控装置,为人们生活和工作带来了便利。但传统的空调装置耗能较大,不仅增加了建筑物的成本,而且使日趋沉重的能源负担更为沉重。因此,英国人最近研制的高效节能的廉价盐水空调装置刚一问世就引起了人们的重视。

这种装置的基本单元是一个个充满盐水的聚丙烯塑料球,它们被放置于一个装有循环水的大罐中,并使循环水与建筑物的空调系统相连。此装置以“低熔共晶盐”溶液作为盐水,它的熔点是 27°C 室内温度可依此熔点控制在 27°C 左右。

盐水在冷凝时要释放热量,冰盐热熔时则会从周围吸收热量,根据这一原理,在夏季白天,该系统的冰盐吸收空调系统传给循环水的热量而熔化,使循环水冷却或保持恒温来控制室内温度,而所有热量均来自建筑物内部。在夜晚,利用电热泵冷却装有塑料球的大罐再使盐冰冰冻以准备第二天冷却循环水之用。与此相反,在冬季的夜晚,加热泵加热塑料球中的盐水,以便在用电高峰的白天释放热量以维持建筑物的温度。在冬夏两季,由于用电都是在非高峰时间的夜晚,电能又被贮在了盐水中,因而大大地节约了消费。在春秋两季。这个系统的冷热循环调节也完全不需要加用别的能源。

由于这种盐水空调装置相当简单,既不需要一般建筑物中的冷却塔,也不需要燃油或烧煤的锅炉以及排烟的烟囱,因此,它不排放空气污染物。同时,它利用电费便宜的夜间用电低谷时间加热或冷却塑料球中的盐水,使之在白天用电高峰时间加热或冷却房间,因而使用成本低廉并能有效地节能。

(原载 1991 年 7 月 4 日《科技日报》,王江洪 文)