

# ICP-AES测定稀土尾矿中的镧铈铟钡\*

刘洪<sup>1</sup>, 喻永红<sup>2</sup>, 朱静平<sup>1</sup>, 黄海燕<sup>1</sup>

(1.西昌学院 轻化工程学院, 四川 西昌 615013; 2.普格县中学, 四川 普格 615300)

**【摘要】**采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法对稀土尾矿中的La、Ce、Sr、Ba元素进行了测定。研究了ICP-AES的操作条件并确定了适宜的实验条件,研究了酸度的影响以及谱线干扰的消除。样品平行测定的相对标准偏差小于1.6%,回收率在97.6%~103.3%之间,实现了稀土尾矿中镧、铈、铟、钡的快速、准确测定。

**【关键词】**电感耦合等离子体原子发射光谱法;稀土尾矿;镧;铈;铟;钡

**【中图分类号】**TD926.4 **【文献标识码】**A **【文章编号】**1673-1891(2010)04-0048-02

## 1 引言

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)优越的分析特性,使其在复杂体系中能同时或顺序测定多种元素,提高了分析速度,降低了分析成本,已广泛应用于地质矿产和稀土产品的分析测试<sup>[1-3]</sup>。四川稀土是20世纪80年代末我国发现的第二大稀土资源,在开发利用氟碳铈矿稀土资源的同时发现其尾矿中伴生有铟、钡等元素<sup>[4]</sup>。由于该稀土尾矿中既含有稀土元素又伴生有较高含量的铟、钡等碱土金属元素,本文采用ICP-AES对稀土尾矿中镧、铈、铟和钡的含量测定的载气流量等仪器工作条件进行了试验和优选,对待测元素的光谱条件、酸度的影响以及基体元素干扰的影响进行了考察,为进一步开发利用该稀土尾矿资源提供重要依据。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器及工作条件

IRIS Intrepid II xsp 型等离子体发射光谱仪(美国Thermo公司)。TEVA操作软件。工作参数包括,使用功率:1150W;雾化器压力:260KPa;辅助气体流量:0.55 L/min;样品提升量1.48mL/min;积分时间:长波>238nm 7s,短波<238nm 10s。

### 2.2 主要试剂和标准溶液

主要试剂硝酸、盐酸、氢氟酸均为优级纯,实验用水为超纯水。

标准溶液:单个元素的标准溶液用光谱纯氧化物或盐配制成 $\rho = 1\text{g/L}$ 的标准储备液逐级稀释即得。

### 2.3 实验方法

准确称取0.0163g稀土尾矿样品,用王水加热溶解至近干,冷至室温。加入5mL氢氟酸加热至干,再冷却至室温后用0.6mol/L的HCl定容至100mL,摇匀,按仪器工作条件进行测定,计算出各元素的相应浓度。同时做空白试验。

## 3 结果与分析

### 3.1 分析谱线选择

分析线选择是否恰当,直接影响测定结果的准确性以及测定方法的可信度。分析线选择的原则是所选谱线的检出限低,灵敏度高,干扰元素少,干扰程度低,线性范围宽,实际应用好等。根据仪器的性能和样品中铟、钡含量较高而镧铈含量较低的特点,各元素的分析谱线选择如下:La 333.656nm, Ce 413.380nm, Sr 216.596, Ba 233.527nm。

### 3.2 酸度选择

在所有的无机酸中,盐酸、硝酸的酸效应比较小。结合张杰等<sup>[5,6]</sup>对酸介质和酸度的选择,本实验用HCl作为介质,考察了盐酸浓度为0.20、0.40、0.60、0.80、1.0mol/L时各元素谱线强度变化情况。结果表明,盐酸的浓度在0.8mol/L以下基本上不影响各元素的测定。同时,考虑到溶液酸度较大时,标准溶液可以保存较长时间,可以减少药品的消耗,故选择0.6mol/L的HCl作为控制溶液酸度的介质。

### 3.3 干扰消除

在本实验中,镧、铈的含量较低,选择了干扰小、灵敏度高的分析线,铟、钡的含量较高,选择了较弱的谱线,并尽量使分析条件一致,基本上消除物理干扰。另外,选择与分析样品基体相接近的标准样品系列做校准曲线,基本上消除基体效应的影响。

### 3.4 测定结果、回收率及精密度

采用本法对同一个稀土尾矿样品重复测定10次,并进行加标回收试验,其相对标准偏差(RSD)小于1.6%,回收率在97.6%~103.3%之间,结果见表1。

## 4 结论

本文建立了利用电感耦合等离子体原子发射

收稿日期:2010-10-08

\*基金项目:四川省教育厅资助科研项目-科研基金(项目编号:07ZC046)。

作者简介:刘洪(1964-),男,四川成都人,教授,主要研究方向:稀土材料。

光谱法测定稀土尾矿中 La、Ce、Sr、Ba 元素的方法, 基体匹配可准确测定稀土尾矿中 La、Ce、Sr、Ba 含量。对谱线等工作条件及干扰的消除进行了试验, 采用 量。方法快速, 数据准确可靠。

表1 回收率及精密度试验结果(n=10)

元素	La	Ce	Sr	Ba
样品测定值(mg/L)	0.5717	0.8150	46.13	18.53
标准加入量(mg/L)	0.5500	0.8200	46.00	18.50
加标测定值(mg/L)	1.1087	1.6621	91.45	36.98
RSD(%)	1.513	1.1325	0.5231	0.7432
回收率(%)	97.6	103.3	98.5	99.7

#### 注释及参考文献:

- [1]富玉,刘金霞,王彦芬,等.无滤共沉淀富集等离子体原子发射光谱法测定痕量稀土元素[J].分析试验室,2007,26(3):91-94.
- [2]费浩,王树安,黄进初,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锡青铜中镧铈铈钡[J].冶金分析,2009,29(5):56-58.
- [3]陈虹,孙丰全.混合熔剂半熔ICP-AES测定天青石矿中的铈、钡、钙、镁和铁[J].光谱实验室,2009,26(4):1043-1045.
- [4]李小渝.四川德昌大陆槽稀土矿床中伴生铈矿的特征及开发利用意义[J].四川稀土,2006,(2):26-28.
- [5]张杰,于永丽,戚淑芳,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定轻稀土元素[J].冶金分析,2009,29(4):20-23.
- [6]马淑英,魏斌,李烈凤.ICP-AES测定高温质子导体中的五种元素[J].理化检验-化学分册,2003,39(3):156-157.

## Determination of La, Ce, Sr and Ba in Rare Earth Gangue by ICP-AES

LIU Hong<sup>1</sup>, YU Yong-hong<sup>2</sup>, ZHU Jing-ping<sup>1</sup>, HUANG Hai-yan<sup>1</sup>

(1.School of Applied and Chemical Engineering, Xichang College, Xichang, Sichuan 615013;

2.Middle School of Puge County, Puge, Sichuan 615300)

**Abstract:** The amounts of La, Ce, Sr and Ba were quantitatively analyzed in rare earth gangue by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES). The conditions of ICP-AES operation and testing, the influence of pH and the correction of spectral interference were studied. The relative standard deviation was less than 1.6% and the recovery rate was 97.6% ~103.3%. This method could be applied to rapid and accurate determination of La, Ce, Sr and Ba in rare earth gangue.

**Key words:** Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES); Rare earth gangue; La; Ce; Sr; Ba