

21-22

氢化物原子荧光光谱法测定化探样品中碲

p 578.15
p 632

丁秘枣^①

(中国人民武装警察部队黄金第十一支队 呼和浩特 010010)

摘要 研究提出了 HNO₃ 和 HClO₄ 分解样品, 浓 HCl 为还原剂, Fe³⁺ 为减缓剂, 氢化物-原子荧光光谱法直接测定化探样品中 Te 的方法, 检出限为 0.035 μg/g。分析土壤等国家一级标准物质, 其结果与推荐值一致。

关键词 氢化物 原子荧光光谱法 化探样品 碲

近年来, 已见报道的微量 Te 的测定方法, 大多数需分离富集, 手续繁琐^[1-3]。本文采用 Fe³⁺ 作减缓剂, 直接测定化探样品中 Te, 试验了酸度和 Fe³⁺ 用量的影响, 以及 Fe³⁺ 对干扰元素影响的消除, 方法简便、快速, 检出限为 0.035 μg/g, 经对国家一级标准物质分析, 结果一致。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂

AFS-120 型双道原子荧光光谱仪(北京地质仪器厂);

仪器工作条件 空心阴极灯电流 90 mA, 炉温 850 C, 负高压-360 V, 原子化器高度 8.0 cm, 加液时间 8 s, 读数时间 10 s, 延迟时间 2 s, 加液体积 2 ml, 载气(Ar)流量 0.4 L/min, 屏蔽气(Ar)流量 1 L/min。

Te 标准溶液 称取光谱纯碲粉 0.1000 g 于 100 ml 烧杯中, 加入 HNO₃ (1+1) 20 ml, 在电热板上低温加热溶解。加入 HClO₄ (1+1) 15 ml, 再继续加热至冒白烟, 取下冷却移入 1000 ml 容量瓶中, 以水定容, 摇匀。此溶液 ρ(Te) = 100 μg/ml。以 2% (V/V) HCl 逐级稀释成 ρ(Te) = 0.05 μg/ml 工作液;

KBH₄ 溶液 ρ(KBH₄) = 7 g/L (现用现配);

Fe³⁺ 盐溶液 ρ(Fe³⁺) = 50 mg/ml, 40% (V/V) HCl 介质。

1.2 实验方法

取 Te 标准工作液 5 ml 于 50 ml 容量瓶中, 加入 Fe³⁺ 盐溶液 1 ml, 以 40% (V/V) HCl 溶液定容。取 2

ml 溶液于氢化物发生器中, 上机加入 KBH₄ 溶液测定。

2 结果与讨论

2.1 HCl 浓度和 Fe³⁺ 用量对 Te 荧光强度的影响

HCl 浓度和 Fe³⁺ 浓度对 Te 测定的影响见图 1、图 2。

由图 1 可见, HCl 浓度在 35~60% (V/V) 之间时荧光强度最大且基本稳定。本文选用 40% (V/V) HCl。

由图 2 可见, 在试验范围内, 40% (V/V) HCl 浓度下, Fe³⁺ 的浓度对 Te 荧光强度无影响。本法选用 Fe³⁺ 加入量为 50mg。

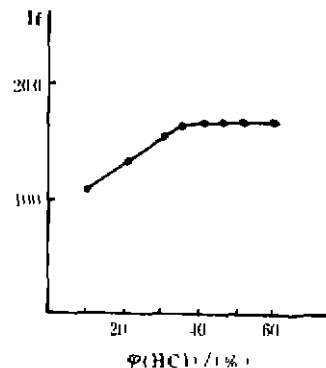


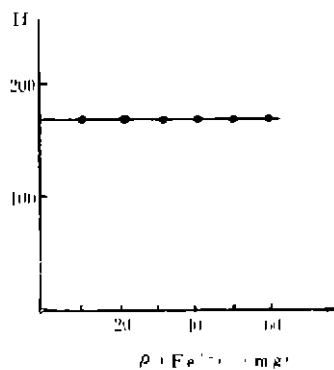
图1 HCl 酸度的影响

Te: 0.25 μg/50 ml

2.2 干扰试验及 Fe³⁺ 对干扰的抑制效果

共存元素对 Te 测定的干扰及 Fe³⁺ 抑制干扰效

① 丁秘枣 女, 工程师, 从事分析测试工作。

图2 Fe³⁺用量的影响

Te: 0.25 μg/50 ml

果见表1。

由表1可见,Cu、Hg的严重干扰可被Fe³⁺有效抑制。Fe³⁺对Cr、Se、Au的干扰也有一定抑制作用。Zn、Pb、Sn、As、Sb、Bi未出现明显干扰。

表1 干扰试验及Fe³⁺抑制干扰效果^①

共存元素 及允许量 (μg)	加Fe ³⁺ 前 Te回收率 (%)	加Fe ³⁺ 后 Te回收率 (%)	共存元素 及允许量 (μg)	加Fe ³⁺ 前 Te回收率 (%)	加Fe ³⁺ 后 Te回收率 (%)
Cu(200)	59	92	As(40)	混合	97
Pb(200)	95	98	Sb(4)		
Zn(200)	97	104	Bi(30)		
Cr(5)	93	100	Hg(10)	60	100
Sn(40)	99	99	Se(5)	90	99
Au(0.05)	90	99			

①Fe³⁺加入量为50 mg

表2 标准物质分析结果

样品号	推荐值	测定值	样品号	推荐值	测定值
GBW07401 (0.051) ^①	0.054		GBW07342 (0.035)	0.036	
GBW07103	0.04	0.035	GBW07404 (0.15)	0.12	
GBW07408	0.046	0.050	GBW07106	0.038	0.038
GBW07309 (0.04)	0.042		GBW07311 (0.38)	0.36	

①括号内数据为推荐参考值

2.3 方法检出限

采用GBW07402,按实验方法进行10次平行测定,计算得方法检出限为0.035 μg/g。

2.4 标准曲线

实验表明:在ρ(Te)=0~0.05 μg/ml范围内,荧光强度与Te浓度呈线性相关。线性回归系数为0.9999。

2.5 样品分析

称取0.5000 g样品于100 ml烧杯中,用少量水润湿。加入浓HNO₃ 16 ml和HClO₄ 4 ml,摇匀。盖表皿,于电热板上加热煮沸0.5 h。取下,冷却,用水吹洗表皿和杯壁,移去表皿,再蒸发至冒浓白烟3~5 min(勿蒸干)。取下冷却,加入浓HCl 20 ml,加热煮沸2 min,溶解可溶性盐类。取下冷却后,移入30 ml容量瓶中,加入Fe³⁺盐溶液1 ml,水定容,摇匀。澄清后,取上层清液上机测定。

选择8个地球化学标样,取3次测定结果的平均值为分析值,测定结果如表2。

参 考 文 献

- 1 冯先进,江银潮,符斌.分析试验室,1992,11(4):18.
- 2 张厚兰,郭居媛.岩矿测试,1993,12(4):287.
- 3 耿学道.岩矿测试,1986,5(1):58.

(收稿日期 1996-12-18)