

## F-HZ-DZ-TR-0148

### 土壤—钨 钼 铌 钽的测定—ICP 直读光谱法

#### 1 范围

本方法适用于土壤，水系沉积物，硅酸盐岩石类型样品中钨、钼、铌、钽的测定。测定下限：W 1 $\mu$ g/g，Mo、Nb、Ta 0.5 $\mu$ g/g。

#### 2 原理

以电感耦合等离子体(ICP)作为激发光源，利用 ICP 光源温度高，稳定性好，检测限低的优点。通过用离子交换树脂分离富集后，同时测定，取得很好的分析结果。并对数种酸介质的选择，淋洗酸及酸度的选择，试液酸度的选择以及上柱流速的选择，都作了详细的试验，找出最佳的条件。

#### 3 试剂和材料

3.1 盐酸，2mol/L，0.5mol/L。

3.2 草酸，0.05mol/L，0.025mol/L，0.5mol/L。

3.3 硝酸，6mol/L。

3.4 氢氧化钠，2mol/L。

3.5 氢氟酸( $\rho$  约 1.15g/mL)。

3.6 高氯酸( $\rho$  约 1.67g/mL)。

3.7 过氧化氢(30%)。

3.8 717 型阴离子树脂， $<150\mu\text{m}$ ，使用前用 5mL 0.5mol/L 盐酸-0.05mol/L 草酸平衡。使用后再生：取 20mL 水洗，10mL 2mol/L 氢氧化钠，10mL 2mol/L 盐酸洗，然后用水洗至中性。

3.9 树脂柱 $\phi 1.5 \times 7\text{cm}$ 。

3.10 聚四氟乙烯坩埚。

#### 4 仪器

4.1 电感耦合等离子体-原子发射光谱(ICP-AES)直读光谱仪，0.75m，光栅刻线 2400/mm，通道数 60+1，计算机。带有光谱移位器，自动背景校正，元素间相互干扰校正软件。

4.2 射频发生器，输出功率 1000W。反射功率 $<5\text{W}$ 。

4.3 高盐雾化器，氩气流量：冷却气 17L/min，载气 0.3L/min，试液提升量 3mL/min，积分时间 6s。

4.4 12 道蠕动泵，泵速可调。

#### 5 试样的制备

将样品粉碎至粒度  $100\mu\text{m} \sim 74\mu\text{m}$ ，在干净的房间风干。称样测定时，另称一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

#### 6 操作步骤

##### 6.1 试样溶液的制备

称取 0.5g 风干土样(精确至 0.0001g)，置于聚四氟乙烯坩埚中，用水润湿，加 3mL 盐酸，2mL 硝酸，10mL 氢氟酸及 1mL 高氯酸，在电热板上加热至高氯酸白烟冒尽，取下，加入 3mL 盐酸(1+1)，3mL 0.5mol/L 草酸，加热溶解，过滤，水洗至 30mL(切勿放置过久，以防 Ta 水解)。上柱前加入 5 滴 30%过氧化氢，搅匀，以 0.5mL/min 的流速上柱，然后用 5mL 水洗，再用 5mL 6mol/L 硝酸-0.025mol/L 草酸，以 0.15mL/min 的速度淋洗，用 10mL 比色管承接淋洗液，摇匀，待测定。

##### 6.2 标准溶液制备

用光谱纯金属或氧化物制备成单个标准储备液，然后合成三组酸度为 6mol/L 硝酸-0.025mol/L 草酸的标准溶液(见下表)。

编号	元素	含量(μg/g)
1	不含元素	0
2	Fe	500
	Al Ca Mg K Na Ti	100
3	W Mo Nb Ta	5

### 6.3 分析线

W 207.911nm, Mo 202.030nm, Nb 201.662nm, Ta 204.063nm。

待仪器工作条件最佳化后,使软件进入程序,先用高标与低标进行标准化,然后分析监控样,检验结果的质量,再分析试样,并通过软件对原始数据进行元素间的干扰校正(钼线受铁线干扰,Nb线受铁、钛线干扰)和稀释因数处理后,由打字机打出分析结果。

### 7 结果计算

将测出各元素的结果,按下式进行水份校正。

$$w(x) = \frac{\rho}{m \times K}$$

$w(x)$ ——某个被测出元素的质量分数, μg/g。

$\rho$ ——测出元素的质量浓度, μg/g。

$m$ ——测定试样的质量, g。

$K$ ——水份系数。

### 8 精密度

取 GSW07103 标准物质重复测定 10 次, 求出各元素的 RSD%为: W 5.5%, Mo5.5%, Nb3.7%, Ta9.2%。

注 1: 过氧化氢应在上柱前加入, 时间太长会分解, 影响钛的分离完全; 因为过氧化氢存在, 能使钛的分配系数减少。

注 2: 铁、钛的分配系数比其它元素大, 当铁、钛含量高时, 要占一定的交换容量; 因此要保证一定的柱长, 否则会  
影响被测元素的回收率, 特别是铌、钽。

注 3: 当试样中钨含量高于 100μg/g 时, 测定结果出现偏低, 可能是酸溶不完全所致。

### 9 参考文献

- [1] 阙松娇等. 化探样品中钨、钼、铌、钽的分离富集和 ICP 直读光谱分析. 一九八六年度  
岩矿测试科研及试验成果汇编. 中国地质科学院, 1987, 12~18.