

火焰原子吸收法测定岩石中痕量钡

韩绍荣 陈耀惠

地矿部天津地质矿产研究所, 300170

摘要 本文在pH为6.0的HAc-NaAc缓冲溶液中,以Pb为共沉淀剂用 K_2CrO_4 使Ba成 $BaCrO_4$ 沉淀进行富集,再应用 $N_2O-C_2H_2$ 火焰原子吸收光谱法测定Ba。方法的特征浓度为 $0.18\mu g/ml/1\%$ 吸收,标准加入回收率为96—102%。对于含Ba 3.86ppm的岩石样品进行10次测定,其相对标准偏差为0.96%。测定了GSD水系沉积物标样中的Ba,结果与推荐值吻合。

一般岩石中Ba的含量多在0.1—0.005%之间,测定时干扰元素较多,仍需预先分离与富集。本文在pH为6.0 HAc-NaAc缓冲液中用 K_2CrO_4 以Pb为共沉淀剂,使Ba成 $BaCrO_4$ 沉淀^①,最后用 $N_2O-C_2H_2$ 火焰原子吸收光谱法测定Ba。同时本文还对 $BaCrO_4$ 沉淀时pH值的选择,共存离子的干扰,电离干扰^①及 $N_2O-C_2H_2$ 火焰中用磺基水杨酸消除Al的干扰^②等进行了试验,拟定了岩石中Ba的分析方法,可用于岩石中Ba量在0.1—0.005%范围的测定。

实验部分

一、仪器及工作条件

1. 仪器 英国SP-1900型原子吸收光谱仪;25型酸度计(上海雷磁仪器厂)。

2. 工作条件 钡空心阴极灯,灯电流10mA,波长553.5nm,狭缝宽度0.2mm, N_2O 流量4.5L/min, C_2H_2 流量3.8L/min,燃烧器高度10mm,燃烧器长5cm。

二、主要试剂

1. Ba标准溶液 准确称取0.7186g经105℃烘干2h的光谱纯 $BaCO_3$,溶于10ml (1+1)HCl中,移入500ml容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液含Ba 1mg/ml,用此溶液逐级稀释成所需工作溶液。

2. HAc-NaAc缓冲溶液(pH6.0)取400g NaAc溶于1000ml水中,用HAc调节

到pH 6.0并稀释到1200ml。

三、实验方法

在250ml烧杯中,加入250 μg Ba标准溶液,加水至120ml,加入2ml 1% $Pb(NO_3)_2$ 溶液,1滴0.1%甲基红指示剂,以(1+1) NH_4OH 调溶液至刚变黄,再用(1+1) HNO_3 调至微红,加入10ml pH 6.0 HAc-NaAc缓冲溶液,加热微沸,加入15ml 5% K_2CrO_4 溶液,继续加热并保温1h,放置4h或过夜。用慢速定量滤纸过滤,沉淀及烧杯用5% NaAc溶液各洗涤3次,弃去滤液。然后将沉淀用水冲回到原烧杯中,用10ml 10%热 HNO_3 溶解滤纸上残留的沉淀,溶解液用原烧杯承接。再用5% HNO_3 和3% H_2O_2 各洗涤滤纸5次。溶液加热至沸,仔细搅拌将杯壁上的沉淀全部溶解。取下冷却,移入50ml容量瓶中,加入1ml 13% KNO_3 溶液和5ml 20%磺基水杨酸溶液,以水稀释至刻度,摇匀。按选定的仪器条件用 $N_2O-C_2H_2$ 火焰原子吸收光谱法测定Ba。

结果与讨论

一、酸度试验

试验了HCl、 HNO_3 、 H_2SO_4 、 H_3PO_4 介质对测定Ba的影响。结果表明1—4%的

● 李应熙,杨茂俊,四川地质实验,(2),34,1978。

● 董政,北京地质科技情报,(2)45,1981。

HCl、HNO₃、H₃PO₄对Ba测定结果均无影响；而0.5% H₂SO₄使Ba的结果严重偏低。采用2% HNO₃。

二、Pb(NO₃)₂用量试验

按试验方法，加入1% Pb(NO₃)₂ 1—10ml，作共沉淀剂，Ba的回收率为96—101%。采用2ml。

三、K₂CrO₄用量试验

加入5% K₂CrO₄ 1—20ml进行试验，结果表明用量在15—20ml Ba回收率为98—100%。采用15ml。

四、BaCrO₄沉淀pH值的选择和放置时间

在不同pH值沉淀Ba并测定Ba的回收率。结果表明，pH 5.6—8.2时Ba回收率98—102%。采用pH6.0。

结果还表明，沉淀放置2h以上直至42h Ba的回收率为99—100%。

五、沉淀溶解试验

按试验方法，用10ml 20%热HNO₃溶解滤纸上残留的沉淀，再用5% HNO₃洗涤滤纸5次；或继前手续再增加3% H₂O₂洗涤滤纸5次。结果表明不用3% H₂O₂洗涤残留沉淀，Ba的回收率只有50%，加3% H₂O₂洗涤后Ba的回收率为99—101%。

六、电离影响的试验

Ba在N₂O—C₂H₂火焰中，电离干扰严重，我们在被测溶液中加入更易电离的钾盐来抑制Ba的电离。试验结果表明，在500—4000 μg/ml K⁺存在下Ba的吸光度趋于稳定。钾盐抑制剂浓度采用1000 μg/ml。

七、共存离子的影响及消除

本文在50ml内含250 μg Ba溶液中，分别加入有可能干扰的离子。如Fe³⁺、Ti(IV)、Cr(VI)、Ca²⁺、Al³⁺、Pb²⁺等。试验结果表明，105mg Fe³⁺、8mg Ti(IV)、7mg Cr(VI)和53mg Pb²⁺对Ba的吸光度无影响。而25mg Ca²⁺对Ba的吸光度产生正干扰，但沉淀分离可消除干扰。分离后Ca²⁺残存量仅为0.04mg不影响Ba的结果。5mg Al³⁺对Ba产生严重的负干扰，加入5ml 5%磺基水杨酸可消除其干扰。

八、工作曲线

取0, 25, 50, 100, 200, 300, 400, 500 μg标准Ba于50ml容量瓶中，加入2ml (1+1) HNO₃溶液，1ml 13% KNO₃溶液，5ml 20%磺基水杨酸溶液，水稀释至刻度，摇匀。测定，绘制工作曲线。结果表明Ba含量在0—500 μg范围呈良好的线性关系。

九、样品分析

准确称取0.5000g试样（或视含量而定），于铂坩埚中，加15ml HF，2ml HClO₄，置于电热板上加热溶解，直至HClO₄冒烟，取下坩埚，冷后用少量水冲洗坩埚壁，再加热冒烟至近干，取下稍冷，加2ml (1+1) HCl和少量水，温热溶解，移入250ml烧杯中，加水至120ml，以下按试验方法进行。

十、方法的精密度和准确度

按样品分析方法对7102号岩石样品作10次测定，其平均值为3.86 ppm，标准偏差为0.037，相对标准偏差为0.96%。并对5个GSD水系沉积物标样中Ba进行测定（见表），

表 GSD水系沉积物标样中Ba的分析结果对照(Ba ppm)

标样号	GSD-1	GSD-4	GSD-5	GSD-6	GSD-8
标样推荐值	946 ± 50	454 ± 28	436 ± 24	327 ± 18	489 ± 22
本方法测定值	946	456	430	327	489

结果与推荐值一致。另外,还作了在样品中加入不同量的标准 Ba,测定回收率为 96—102%。方法精密度高,准确度高,适合于岩石中痕量 Ba 的测定。

参考文献

- [1] 蒋绍润,《分析实验室》,3(6),28,1984。

〈收稿日期:1989年9月15日〉

Determination of Trace Barium in Rocks by Flame AAS

Han Shaorong and Chen Yaohui

(Tianjin Institute of Geology and Mineral Resources, 300170)

Barium is preconcentrated and separated by coprecipitation with lead as chromate in sodium acetate buffer(pH 6) and determined by AAS in a nitrous oxide-acetylene flame. The interference of aluminum can be eliminated by adding salicylic acid as spectrochemical buffer. This method can be applied to rocks with Ba content ranging from 0.005 to 0.1% with good precision and accuracy.

Key words: barium determination, flame AAS.