

滤纸薄样片-X射线荧光光谱法测定钨和锡

荆照政 张博仪 刘雪珍
湖南省矿产测试利用研究所, 长沙, 410007

摘要 本文用蜡环成形滤纸定量吸附由微量进样器分取的 50 μ l 试液, 制成薄样进行 X 射线荧光光谱分析, 实现了对样品中高含量 WO_3 、 SnO_2 的定量测定。被测组份的荧光强度与浓度在 0—500 $\mu\text{g}/50\mu\text{l}$ 范围内有良好线性关系。方法操作简单、制样速度快、成本低、稳定性好。

关键词: X 射线荧光光谱, 微量进样器, 蜡环成形滤纸, 二氧化锡, 三氧化钨。

对于溶液样品的 X 射线荧光光谱分析, 已有不少的报道^[1-3]。为了使溶液-滤纸薄样法的分析技术得到进一步的提高, 本文根据荧光分析样品的有效照射面积内对溶液的最大饱和吸收量, 提出了微取样溶液滤纸薄样法。由于把微量进样器运用在试液的分取上, 保证了标准溶液与样品溶液的取样体积相对一致, 溶液在滤纸上自然扩散, 干燥, 减少了许多人为误差。通过对钨、锡精矿样品中 WO_3 、 SnO_2 的测定, 证明本法精度符合要求。

实 验 部 分

一、主要仪器和试剂

8680 多道-扫描混合式 X 射线荧光光谱仪, SAS/MTS-11 计算机体系 (美国 ARL 公司产品)。50 μ l 微量进样器 (上海医用激光仪器厂产品)。慢速定量滤纸 (杭州双圈牌)。光谱纯 WO_3 和 SnO_2 试剂。

二、仪器工作条件

Rh 靶: 激发电压和电流分别为 50kV, 50mA; 分析线: W $L_{\alpha 1}$, Sn $L_{\alpha 1}$; 准直器: 粗狭缝; 探测器: 闪烁和流气式正比计数器; 晶体: LiF200; 脉冲幅度分析器参数: 36。

三、溶液滤纸薄样的制备

将滤纸剪成 $\phi 40\text{mm}$ 园片后, 用石蜡笔

在中间画一个圆圈 ($\phi 25\text{mm}$), 扫净掉在纸片上的零碎蜡片, 置于低温电炉上微微加热, 画上的蜡经熔化渗透后正好在滤纸片上烙上一个疏水环。用 50 μ l 微量进样器分取 50 μ l 试液, 慢慢地滴入成形滤纸片蜡环的中央。待试液扩散均匀后, 搁在 50ml 烧杯口上, 室温自然干燥后备用。

结 果 与 讨 论

一、微量取样的精密度

溶液滤纸薄样法的关键是试液与标准溶液的分取体积严格保持一致, 并且试液在蒸发水份定形过程中控制各种条件应相同。本法用同一份锡精矿试液, 每次取 50 μ l, 13 次取样制成 13 个滤纸薄样进行测量。测定其 SnO_2 含量 (%) 为: 60.34, 60.34, 60.40, 60.40, 60.40, 59.61, 59.61, 59.61, 59.87, 59.87, 60.11, 60.11, 59.96。 $\bar{x}$ = 60.05, RSD = 0.54%。

二、取样体积对制样精度的影响

取样体积大, 能减少读数误差。但是对于制样而言, 体积适量才有利于试液在纸片上蒸发定形。表 1 是对同 1 份试液, 按不同的分样体积取样, 每组各制备 13 份样品, 进行测量的误差统计。4、5 组样品用 1.00ml¹ 刻度移液管分取溶液。从统计的误差可以看出, 由于微量进样器准确度高, 取样读数不

一致带入的误差最小。另外,要求试液在定型滤纸片上蒸发、干燥时的各种实验条件一致。50 μ l试液正好被薄片滤纸一次吸收完,室温下蒸发水份干燥的条件也一致,故效果最好。

表1 取样体积对精度的影响

分 组	1	2	3	4	5
取样体积(μ l)	30	50	100	250	500
相对标准偏差(%)	0.55	0.54	0.69	0.72	0.89

三、滤纸薄样的浓度范围

实验表明,本法的 WO_3 、 SnO_2 在薄片上含量在0—500 μ g/50 μ l范围同荧光强度有良好线性关系。按 $C_L = (3\sqrt{2/m}) \times (I_B/T)^{1/2}$ [4] 计算得本法检出限为0.5 μ g/50 μ l。

四、样品分析

用钨精矿和锡精矿中的 WO_3 和 SnO_2 的测定对本法进行考察。锡精矿样品用 Na_2O_2 熔矿后制成酸性溶液,钨精矿用 Na_2O_2 熔矿,蒸馏水提取制成碱性溶液。标准物也按同样的方法处理。所得结果汇于表2,本法结果与化学分析的结果基本一致。

表2 分析结果(%)

成 份	本 法 结 果									化学法
	分 次 测 定					平均值				
SnO ₂	63.71	63.74	63.20	63.74	63.22	63.18	63.63	63.20	63.45	63.16
WO ₃	72.46	72.52	72.27	72.55	72.15	71.96	72.17	72.40	72.31	72.04

参 考 文 献

- [1] 王子尧等,《分析化学》,12(8),749,1984。
[2] 王子尧等,《分析化学》,13(2),105,1985。

[3] 李华等,《稀土》,1,14—17,1989。

[4] 谢忠信等,《X射线光谱分析》,208,科学出版社,1982。

<收稿日期:1990年2月24日>

Determination of W and Sn by Paper Substrate-XRFA

Jing Zhaozheng, Zhang Boyi and Liu Xuezheng

(Hunan Institute of Utilization of Minerals, Changsha, 410007)

A 50 μ l aliquot of sample solution is applied to a small area circled with wax on a piece of filter paper which is used as substrate in XRF analysis. The technique is simple and rapid. A linear relationship between the fluorescence intensity and the concentrations of WO_3 or SnO_2 holds over the range 0—500 μ g in 50 μ l.

Key words: XRF, SnO_2 and WO_3 determination, wax circle technique