

解决方案|ICP 法测定 BaCl₂ 晶体中杂质元素

氯化钡 (BaCl₂)，是一种无机化合物，白色的晶体，易溶于水，微溶于盐酸和硝酸，难溶于乙醇和乙醚，易吸湿，常用作分析试剂、脱水剂，制钡盐原料以及用于电子、仪表、冶金等工业。近年来随着对氯化钡需求量的不断增长，用户对产品的质量提出了更高的要求。

氯化钡中一般含有锶 (Sr)、钙 (Ca)、铁 (Fe) 等多种杂质元素。一般对 Sr、Ca 杂质元素的分析多采用原子吸收法，Fe 则采用分子吸收分光光度法，由此可见，仅这 3 种元素检测方法就涉及三种，并且操作繁杂，耗时长。电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-OES) 法改变了传统的单元素检测方式，越来越多地应用于化工、矿业、冶金、环保、科研等领域。本文采用全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪检测测定 BaCl₂ 中钙 (Ca)、镁 (Mg)、锶 (Sr)、铝 (Al)、镉 (Cd)、钴 (Co)、铬 (Cr)、铜 (Cu)、铁 (Fe) 和锌 (Zn) 杂质元素的方法，可供相关人员参考。

实验部分

仪器设备

ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪

工作条件

元素	波长 (nm)	载气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	等离子气 (L/min)	PMT 电压 (V)
Ca	393.3660	0.80	0.00	13.4	200
Mg	279.5530	0.80	0.00	13.4	200
Sr	407.7710	0.80	0.00	13.4	200
Al	396.1520	0.80	0.00	13.4	200
Cd	228.8020	0.80	0.00	13.4	200
Co	238.8920	0.80	0.00	13.4	200
Cr	284.3250	0.80	0.00	13.4	200
Cu	327.3960	0.80	0.00	13.4	200
Fe	259.9400	0.80	0.00	13.4	200
Zn	213.8560	0.80	0.00	13.4	200

样品前处理

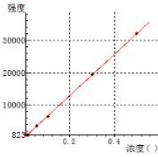
准确称取 5.0000g BaCl₂ 晶体，用水溶解于聚四氟乙烯烧杯中，然后转移至 100mL 容量瓶中定容。

实验结果

标准曲线

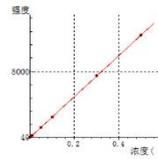
配置各元素的标准溶液，然后按照浓度依次上机测试，得到元素的标准曲线，如下图所示。

Cu元素-393.3660



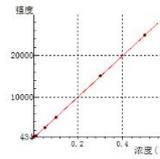
线性相关系数: 0.999787
一次曲线: $y=93202.4492x+141.6601$

Mg元素-279.5530



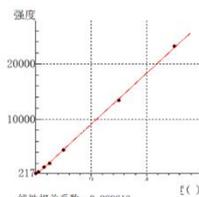
线性相关系数: 0.999978
一次曲线: $y=15433.6104x+30.8022$

Zn元素-407.7710



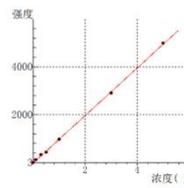
线性相关系数: 0.999900
一次曲线: $y=49160.3008x+236.1375$

Al元素-396.1520



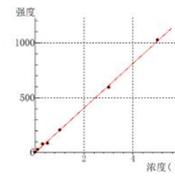
线性相关系数: 0.999613
一次曲线: $y=46111.3892x+80.2029$

Cd元素-228.8020



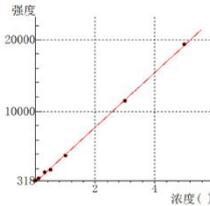
线性相关系数: 0.999754
一次曲线: $y=992.5814x-11.5794$

Co元素-238.8920



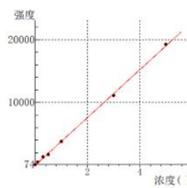
线性相关系数: 0.999479
一次曲线: $y=202.3014x+3.6023$

Cr元素-284.3250



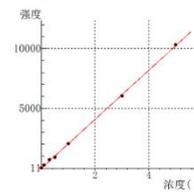
线性相关系数: 0.999703
一次曲线: $y=3811.3887x+157.5599$

Co元素-327.3960



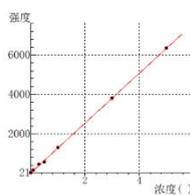
线性相关系数: 0.999657
一次曲线: $y=3806.4311x-18.6715$

Fe元素-259.9400



线性相关系数: 0.999765
一次曲线: $y=2048.5325x-0.0214$

Zn元素-213.8560



线性相关系数: 0.999858
一次曲线: $y=1264.8236x+19.2970$

样品分析

将处理后的样品依次上机测试，根据标准曲线，得到样品的结果，每组样品平行测试 2 次。结果如下图。

单位: mg/kg(ppm)

元素	1#	2#	3#	4#	5#	6#
Ca	47.6634	5.8358	1.043	1.0152	2.4273	6.3241
Mg	1.3165	0.3624	未检出	未检出	未检出	未检出
Sr	30.3305	2.3045	4.1010	2.7347	0.4948	2.7943
Al	1.0560	2.2941	0.7350	0.5394	0.1724	0.6704
Cd	0.5225	0.5008	0.5282	0.6402	0.5448	0.5249
Co	1.2898	1.4539	1.5297	1.3312	1.0190	1.1674
Cr	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
Cu	2.0679	0.8956	0.3948	0.1765	0.1206	0.1267
Fe	0.2758	未检出	未检出	未检出	0.0865	未检出
Zn	2.0307	1.1398	0.8292	0.7682	0.8091	0.6805

实验总结

本实验通过对各元素工作条件、分析谱线及测试方法等选择, 确定分析条件, 通过上述分析可知, 采用 ICP-OES 法同时检测氯化钡中钙 (Ca)、镁 (Mg)、锶 (Sr)、铝 (Al)、镉 (Cd)、钴 (Co)、铬 (Cr)、铜 (Cu)、铁 (Fe) 和锌 (Zn) 杂质元素, 操作简便, 所需试剂种类较少, 该方法的准确度及结果均可满足分析要求。