

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 萤石中硅铝铁钾镁钛

谢健梅, 王振新, 陈育人, 邬蓓蕾, 叶佳楣
(中国检验认证集团宁波有限公司, 浙江宁波 315048)

摘要: 样品采用氢氧化钠在锆坩埚中熔融后, 再使用硼酸溶液浸取和硝酸酸化, 使用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定硅、铝、铁、钾、镁、钛, 从而建立了萤石中硅、铝、铁、钾、镁、钛的测定方法。试验探讨了基体效应的影响, 认为溶液中大量存在的钠(4.37~4.83 mg/mL)对钾的信号强度稍有影响, 但其影响程度小于2.4%, 而对其他元素的影响可以忽略; 钙(120~200 $\mu\text{g/mL}$)、硼(56.8~85.2 $\mu\text{g/mL}$)和锆(小于4.0 $\mu\text{g/mL}$)对各元素的测定没有显著的影响。试验还考察了酸度的影响, 结果表明溶液中一定酸度范围的硝酸对各元素的测定基本没有影响。在选定的工作条件下, 各元素的校准曲线呈线性, 线性相关系数 r 为0.999 9~1.000 0, 方法检出限为3~105 $\mu\text{g/g}$ 。方法的测定范围能覆盖所有萤石牌号中硅、铝、铁、钾、镁、钛等元素的测定。按照实验方法测定萤石标准样品 YSB 14791-02、GBW 07252、GSB 08-1348-2001、Fluorspar 2712 中硅、铝、铁、钾、镁、钛, 结果的相对标准偏差(RSD, $n=5$)为0.10%~9.5%, 并与认定值相吻合。

关键词: 碱熔; 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES); 萤石

文献标志码: A **文章编号:** 1000-7571(2017)02-0030-06

萤石, 又称氟石, 因为在紫外线或阴极射线照射下会发出荧光(磷光)而得此名, 其主要成分为氟化钙, 是提取氟的重要卤化物矿物, 在化工、医药、建材、机械、航空航天、装饰等行业得到大量使用。在冶金行业, 萤石作为助熔剂被广泛应用于钢铁冶炼, 能提高溶渣的流动性, 除去有害杂质硫和磷, 因而萤石已成为现代冶金工业中重要的矿物原料^[1]。

萤石牌号多, 萤石中氟化钙和二氧化硅含量高、范围宽, 杂质元素多, 大量氟离子的存在又会造成二氧化硅的损失, 因此使用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定萤石中相关元素有很大的难度。目前萤石检测的国家标准都是单元素(组分)检测的方法, 其中二氧化硅的检测需要采用3种方法才能覆盖整个含量范围, 严重制约了检测通量和检测效率^[2]。从文献查新来看, 萤石中元素(氧化物)分析的报道不少: 杨朝帅^[3]、宋新艳^[4]等采用碱熔融处理, 分光光度法测定了萤石及其精矿中二氧

化硅; 别富军^[5]采用原子吸收光谱法测定了萤石中氧化铝; 邹美娟^[6]、年季强^[7]采用酸溶法建立了ICP-AES测定萤石中元素的方法; 闻向东^[8]采用无水碳酸钠-硼酸熔融的前处理方法, 建立了ICP-AES测定低含量(0.70%~5.00%)二氧化硅的方法; 而研究最多的还是使用X射线荧光光谱法(XRF), 其中前处理方法包括熔融样品^[9-11]和粉末压片^[12-13], 最终建立了萤石中多组分的分析方法。上述报道中, XRF和ICP-AES都能实现多元素的同时测定, 其中ICP-AES采用酸溶法测定萤石中多元素、碱熔法测定低含量二氧化硅。由于萤石中二氧化硅含量范围宽, 有的高达30%, 因而酸溶法很难保证硅含量的准确测定。因此, 有必要建立一种碱熔法处理, 再采用ICP-AES同时测定萤石中多元素的方法。

本文采用氢氧化钠作为熔剂, 在锆坩埚中熔融样品, 硼酸浸取, 硝酸酸化后采用ICP-AES同时测定萤石中的硅、铝、铁、钾、镁、钛。该方法可以覆盖

收稿日期: 2016-03-21

基金项目: 中国国家标准化管理委员会资助项目(20131818-T-605)

作者简介: 谢健梅(1968—), 女, 硕士, 工程师, 主要从事化工原料检测和光谱/质谱分析工作; E-mail: xiejm68@163.com

所有的萤石牌号,极大地提高了工作效率。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

iCAP 6500 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 Thermo Scientific 公司):氩气(体积分数不小于 99.996%)。

ICP-AES 的工作条件:发射功率为 1 150 W;冷却气流量为 13 L/min;辅助气流量为 0.50 L/min;雾化气流量为 0.80 L/min;样品提升量为 1.4 mL/min;观察高度为 12 mm;长波积分时间为 15 s。

P330 马弗炉(德国 Nabertherm);Academic 超纯水器(美国 Milli-Q);18.2 M Ω ·cm。

1.2 主要试剂

硅标准储备溶液(钢铁研究总院):500 $\mu\text{g}/\text{mL}$;铝、铁、钾、镁、钛单元素标准储备溶液(钢铁研究总院):1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$;高纯碳酸钙:质量分数为 99.99%;氢氧化钠、硼酸、硝酸、过氧化氢:分析纯。

实验用水均为二次去离子水。

1.3 实验方法

1.3.1 取制样

根据萤石产品标准^[14],按照 GB/T 2008—1987 规定进行取制样,试样应通过 80 目筛(孔径 178 μm),试样使用前放入(105 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 烘箱干燥 2 h、冷却后使用。

1.3.2 样品溶解

称取 2.0 g 氢氧化钠均匀铺在容积约 30 cm^3 的锆坩埚底部,再称取 0.20 g(精确至 0.000 1 g)样品平铺其上,最后称取 2.0 g 氢氧化钠覆盖样品。将锆坩埚放入马弗炉中,设定 45 min 升温至 400 $^{\circ}\text{C}$,然后恒温(400 $^{\circ}\text{C}$)熔融 1 h,再过 15 min 后关闭电源,打开炉门,待冷却后取出。把锆坩埚横放入 350 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 200 mL 煮沸的 1.0 g/L 硼酸溶液,盖上表面皿,在 300 $^{\circ}\text{C}$ 电热板上加热至沸,保持 10 min 左右,取下烧杯,洗出锆坩埚,再在烧杯中加入 40 mL 硝酸和 1.0 mL 过氧化氢,再次加热至沸,取下冷却至室温,转移至 500 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。如当天不能测试,需转移至塑料瓶中储存。随同进行样品空白的溶解,把 0.20 g 样品换成 0.20 g 高纯碳酸钙,过程同样品溶解。

1.3.3 标准溶液系列的配制

称取 8.0 g 氢氧化钠、0.40 g 硼酸和 0.40 g 高纯碳酸钙于 350 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入约 100 mL 水后,沿杯壁加入 80 mL 硝酸,冷却至室温后,转移到 500 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。分别移取该溶液 50 mL 至 5 个 100 mL 量瓶中,然后移取相应的单元素标准溶液进行配制(见表 1),用水定容,混匀。如当天不能测试,需转移至塑料瓶中储存。

表 1 标准溶液系列中各元素的质量浓度

Table 1 Mass concentration of each element in the standard solution series

$\mu\text{g}/\text{mL}$

元素 Element	空白 Blank	标准 1 Standard 1	标准 2 Standard 2	标准 3 Standard 3	标准 4 Standard 4
Si	0	5.0	25	50	75
Al	0	0.20	1.0	5.0	10
Fe	0	0.20	1.0	5.0	10
K	0	0.20	1.0	5.0	10
Mg	0	0.20	1.0	5.0	10
Ti	0	0.20	1.0	5.0	10

2 结果与讨论

2.1 前处理方法

萤石中主要成分为氟化钙,还有二氧化硅和其他杂质元素。有的萤石,二氧化硅质量分数在 30% 以上,采用酸溶法很难完全溶解和保证二氧化硅含量的准确测定,因此本法选择碱熔融法进行样品溶解。XRF 常用四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂熔融制样,也有采用无水碳酸钠和硼酸熔融样品的报

道^[8-12]。经过实验,上述熔剂熔融萤石后,高含量二氧化硅不能溶解完全。考虑到由熔剂引入的元素或组分种类要尽量少,本文选用氢氧化钠作为熔剂。常用金坩埚、银坩埚、镍坩埚、锆坩埚等,金坩埚一般实验室都不使用,银坩埚、镍坩埚每次熔融后损失质量有 0.3 g 左右,因此本法选用了锆坩埚。锆坩埚在 600 $^{\circ}\text{C}$ 以上熔融腐蚀明显,由于氢氧化钠的熔点只有 320 $^{\circ}\text{C}$ 左右,本文选定熔融温度为 400 $^{\circ}\text{C}$ 。

选用萤石标准物质 YSB 14791-02(SiO_2 质量分

数为 36.14%) 进行条件试验, 以样品溶液是否溶解完全、透亮为判断标准, 最终选定了样品量为 0.20 g, 氢氧化钠用量为 4.0 g, 熔融程序设定为 45 min 升温至 400 °C、然后恒温熔融 1 h 的碱熔方法。

2.2 分析条件选择和优化

萤石熔融时引入了大量的钠, 因而使用耐高盐的雾化器比较合理。萤石熔融浸取后溶液中主要含有钠、钙、硅等元素, 分析线的选择相对比较简单, 考虑的主要是待测元素含量范围相差达 3 个数量级的问题。根据“灵敏度适宜、免受光谱干扰、非结构性背景、有足够的线性范围、满足实际应用”的分析线选择原则, 每个元素的分析线按优先次序排列至少给出了两条, 其中硅给出了 3 条分析线。各元素的分析线(每个元素的分析线按优先次序排列)为: Si 288.158 nm、Si 252.851 nm、Si 251.611 nm, Al 309.271 nm、Al 308.215 nm, Fe 240.488 nm、Fe 259.940 nm, K 766.490 nm、K 769.896 nm, Mg 280.270 nm、Mg 279.553 nm, Ti 336.121 nm、Ti 334.941 nm。

2.3 共存元素的影响

萤石中主要成分为氟化钙, 采用氢氧化钠在锆坩埚中熔融会引入钠和锆, 为了防止硅元素的损失, 溶液中还加入了硼酸, 因而需要研究钠、钙、硼、锆等的引入对待测元素的影响。

2.3.1 钠的影响

配制 5 瓶 500 mL 溶液, 其中钠质量浓度分别相当于 3.6、3.8、4.0、4.2、4.4 g 氢氧化钠熔融样品时溶液中钠的质量浓度, 且每瓶溶液均含有 0.20 g 硼酸、0.20 g 碳酸钙和 40 mL 硝酸。考察溶液中钠对待测元素的影响情况(溶液中硅和铁的质量浓度均为 2.0 $\mu\text{g/mL}$, 铝、铁、镁、钛的质量浓度均为 1.0 $\mu\text{g/mL}$)。结果表明, 钠对不同元素的影响不一样: 随着熔剂(氢氧化钠)用量的增加, K 766.490 nm 的发射强度呈增加趋势, 主要是由于氢氧化钠的增加导致电感耦合等离子体中电子密度增加, 使得易电离元素钾的原子线 K 766.490 nm 强度增加, 在氢氧化钠用量为 3.8~4.2 g(即溶液中钠质量浓度为 4.37~4.83 mg/mL)时, 其信号强度相对极差为 2.4%; 而其他元素都是非易电离元素, 氢氧化钠用量对其影响不大。本文选择使用 4.0 g 氢氧化钠。

2.3.2 钙的影响

萤石中氟化钙的质量分数一般都在 60% 以上^[14-15], 如以钙计, 相当于萤石中钙的质量分数在

30% 以上。配制 4 瓶 500 mL 溶液, 分别含有 0、0.15、0.20、0.25 g 碳酸钙(钙质量浓度分别为 0、120、160、200 $\mu\text{g/mL}$, 相当于样品中钙质量分数为 0、30%、40%、50%), 每瓶均含有 4.0 g 氢氧化钠、0.20 g 硼酸和 40 mL 硝酸。考察溶液中钙对待测元素的影响情况(溶液中铁和硅的质量浓度均为 10.0 $\mu\text{g/mL}$, 铝、铁和钾的质量浓度均为 5.0 $\mu\text{g/mL}$, 钛的质量浓度均为 2.0 $\mu\text{g/mL}$)。结果表明, 随着钙质量浓度的增加, 原子线如 Si 288.158 nm、Al 308.215 nm、K 766.490 nm 其发射强度呈增强趋势; 而离子线, 如 Fe 259.940 nm 和 Mg 280.270 nm, 其发射强度呈减小趋势; 而对离子线 Ti 336.121 nm, 其发射强度基本不变。但如果仅考虑钙的质量分数在 30%~50%(钙的质量浓度为 120~200 $\mu\text{g/mL}$) 情况下, 各待测元素信号变化值小于 1%, 是可以接受的。本文在配制标准溶液系列时, 加入 0.20 g 高纯碳酸钙(相当于样品中钙的质量分数为 40%) 进行基体匹配。

2.3.3 硼的影响

为了防止硅的损失, 样品熔融后采用硼酸溶液浸取。配制 3 瓶 500 mL 溶液, 每瓶分别含有 0.16、0.20、0.24 g 硼酸, 在其他条件不变的情况下, 考察硼对待测元素的影响情况(溶液中硅和钾的质量浓度均为 2.0 $\mu\text{g/mL}$, 铝、铁、镁、和钛的质量浓度均为 1.0 $\mu\text{g/mL}$)。结果表明, 溶液中硼酸的质量在 0.16~0.24 g(即溶液中硼质量浓度为 56.8~85.2 $\mu\text{g/mL}$), 对待测元素的影响可以忽略。

2.3.4 锆的影响

本法选用锆坩埚进行样品熔融, 因此溶液中存在锆。锆坩埚在 600 °C 以上熔融腐蚀明显, 而本法设定的熔融温度为 400 °C, 锆坩埚溶出少, 经检测样品空白和样品溶液中的锆, 最高的只有 2 $\mu\text{g/mL}$, 即每次溶出的锆最多约 1 mg。配制 2 瓶 500 mL 溶液, 1 瓶加锆标液 2 mg(即溶液中锆质量浓度为 4.0 $\mu\text{g/mL}$), 另 1 瓶不加锆, 在其他条件不变的情况下, 考察锆对待测元素的影响(溶液中硅、铝、铁、钾、镁、钛质量浓度均为 10 $\mu\text{g/mL}$)。结果表明, 锆元素对待测元素的影响完全可以忽略。

2.4 酸度影响

配制 5 瓶溶液, 溶液中钠、硼、钙等的质量浓度保持一致。当溶液中硝酸量相当于样品溶解时分别用 30、35、40、45、50 mL 硝酸酸化, 考察酸度对各待测元素的影响情况(溶液中硅和钾的质量浓度均为 2.0 $\mu\text{g/mL}$, 铝、铁、镁和钛的质量浓度

均为 1.0 μg/mL)。结果表明,在上述酸度范围内,随着酸度的增加,每个待测元素的净强度没有明显的变化趋势,测定结果的相对标准偏差(RSD, n=5)均小于 1%,影响可以忽略。本法采用在样品溶解时酸度基本保持一致(即样品溶解时用 40 mL 硝酸酸化)。

2.5 校准曲线和检出限

按照仪器设定的工作条件对标准溶液系列进行测定,以各元素质量分数为横坐标,其净光谱强度为纵坐标,绘制校准曲线。校准曲线的线性范围、线性方程和相关系数见表 2。连续测定空白溶液 11 次,以 3 倍标准偏差计算方法的检出限,亦见表 2。

表 2 元素的线性方程和检出限

Table 2 Linear equation and detection limit of each element

元素 Element	波长 Wavelength/nm	线性范围 Linear range w/%	线性方程 Linear equation	相关系数 Correlation coefficient	检出限 Detection limit/(μg/g)
Si	288.158	0.02~18.75	y=429 x+58	1.000 0	42
	252.851	0.03~18.75	y=136.7 x+18.9	1.000 0	100
	251.611	0.02~18.75	y=468 x+90	0.999 9	40
Al	309.271	0.02~2.5	y=559 x+72	0.999 9	33
	308.215	0.02~2.5	y=1 134 x+106	1.000 0	54
Fe	259.940	0.01~2.5	y=948 x+96	1.000 0	12
	240.488	0.01~2.5	y=360 x+36	1.000 0	21
K	766.490	0.02~2.5	y=614.6 x+511.9	0.999 9	75
	769.896	0.03~2.5	y=243 x+33	1.000 0	105
Mg	280.270	0.01~2.5	y=31 431 x+282	1.000 0	3
	279.553	0.01~2.5	y=43 977 x+408	1.000 0	3
Ti	336.121	0.01~2.5	y=7 899 x+2	1.000 0	6
	334.941	0.01~2.5	y=8 684 x+64	1.000 0	6

3 样品分析

按照实验方法测定萤石标准物质 YSB 14791-02、

GBW 07252、GSB 08-1348-2001、Fluorspar 2712 中硅、铝、铁、钾、镁、钛,结果见表 3。结果表明,测定值与认定值相吻合,其相对标准偏差(RSD)为 0.14%~9.5%。

表 3 标准样品测定结果(n=5)

Table 3 Determination results of standard samples

元素 Element	YSB 14791-02			GBW 07252			GSB 08-1348-2001			Fluorspar 2712		
	认定值 Certified w/%	测定值 Found w/%	RSD/ %	认定值 Certified w/%	测定值 Found w/%	RSD/ %	认定值 Certified w/%	测定值 Found w/%	RSD/ %	认定值 Certified w/%	测定值 Found w/%	RSD/ %
Si	16.86	16.75	0.20	3.19	3.24	0.14	12.23	12.15	0.10	4.16	4.11	0.21
Al							1.96	2.05	0.19	0.535	0.515	0.19
Fe	0.63	0.62	0.61	0.087	0.076	1.4	1.65	1.68	0.13	0.261	0.231	0.27
K	0.116	0.127	1.9	0.024	0.023	9.5	1.20	1.30	0.40	0.104	0.101	1.6
Mg							0.11	0.13	0.12	0.443	0.450	0.23
Ti							0.09	0.10	0.12	0.0414	0.0385	0.20

参考文献:

[1] 翁水生,顾林娜,乔晓东,等. 低硅高纯萤石球在不锈钢冶炼中的应用[J]. 特殊钢, 2013, 34(1): 52-55.
WONG Shui-sheng, GU Lin-na, QIAO Xiao-dong, et al. Application of low silicon high purity fluorite ball in stainless steel steelmaking [J]. Special Steel, 2013, 34 (1): 52-55.

[2] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家

标准化管理委员会. GB/T 5195. 8-2006 萤石 二氧化硅含量的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2007.

[3] 杨朝帅, 周建辉, 孔幸花, 等. 硅钼蓝光度法测定萤石及其精矿中二氧化硅的含量[J]. 冶金分析, 2012, 32(7): 59-62.
YANG Chao-shuai, ZHOU Jian-hui, KONG Xing-hua, et al. Silicon-molybdenum blue spectrophotometric determination of silica in fluorite and its concentrate [J]. Metallurgical Analysis, 2012, 32(7): 59-62.

- [4] 宋新艳. 萤石中二氧化硅和氟化钙的系统分析[J]. 冶金分析, 2010, 30(10): 58-61.
SONG Xin-yan. Systematic analysis of silicon dioxide and calcium fluoride in fluorite[J]. *Metallurgical Analysis*, 2010, 30(10): 58-61.
- [5] 别富军. 原子吸收光谱法测定萤石中氧化铝[J]. 有色金属: 矿山部分, 2010, 62(1): 76-78.
BIE Fu-jun. Atomic absorption spectrometry in alumina fluorite[J]. *Nonferrous Metals: Mining Section*, 2010, 62(1): 76-78.
- [6] 邹美娟, 丰慧, 楚明嘉. ICP-AES法测定萤石中铁、锰、磷的含量[J]. 安徽冶金, 2004(2): 39-41.
ZOU Mei-juan, FENG Hui, CHU Ming-jia. ICP-AES method for determination of Fe, Mn and P in fluorite[J]. *Anhui Metallurgy*, 2004(2): 39-41.
- [7] 年季强, 顾锋, 朱春要, 等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定萤石中硅铁镁钾钠磷硫[J]. 冶金分析, 2015, 35(4): 39-43.
NIAN Ji-qiang, GU Feng, ZHU Chun-yao, et al. Determination of silicon, ferric, magnesium, potassium, sodium, phosphorus and sulfur in fluorite by microwave digestion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. *Metallurgical Analysis*, 2015, 35(4): 39-43.
- [8] 闻向东, 赵希文, 文斌, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定萤石中低含量的二氧化硅[J]. 冶金分析, 2008, 28(3): 61-63.
WEN Xiang-dong, ZHAO Xi-wen, WEN Bin, et al. Determination of low content silicon dioxide in fluorite by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. *Metallurgical Analysis*, 2008, 28(3): 61-63.
- [9] 陆晓明, 吉昂, 陶光仪. X射线荧光光谱法测定萤石中的氟、钙及二氧化硅[J]. 分析化学, 1997, 25(2): 170-180.
LU Xiao-ming, JI Ang, TAO Guang-yi. Determination of fluorine, calcium and silicon dioxide in fluorite by X-ray fluorescence spectrometry[J]. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 1997, 25(2): 170-180.
- [10] 袁家义. X射线荧光光谱法测定萤石中氟化钙[J]. 岩矿测试, 2007, 26(5): 419-420.
YUAN Jia-yi. Determination of calcium fluoride in fluor spar by X-ray fluorescence spectrometry[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2007, 26(5): 419-420.
- [11] 杜燕, 阚斌. 玻璃熔融 X射线荧光光谱法测定萤石中各组分[J]. 科学技术与工程, 2006, 6(18): 2938-2939, 2975.
DU Yan, HAN Bing. Determination of the component of fluorite by XRF method[J]. *Science Technology and Engineering*, 2006, 6(18): 2938-2939, 2975.
- [12] 刘长春, 郭慧, 陈莹, 等. X射线荧光与红外联合测定萤石中各组分含量[J]. 辽东学院学报: 自然科学版, 2014, 21(4): 252-256.
LIU Chang-chun, GUO Hui, CHEN Ying, et al. Determination of component concentration of fluorite with X-ray fluorescence and infrared absorption spectroscopy[J]. *Journal of Eastern Liaoning University: Natural Science*, 2014, 21(4): 252-256.
- [13] 佺云. 粉末压片-X射线荧光光谱法与红外吸收光谱法联合测定萤石中各组分[J]. 中国无机分析化学, 2014, 4(1): 50-53.
XIAN Yun. Analysis of component in fluorite using pressed powder pellet X-ray fluorescence spectrometry combined with infrared spectroscopy[J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2014, 4(1): 50-53.
- [14] 中华人民共和国国家发展和改革委员会. YB/T 5217-2005 萤石[S]. 北京: 冶金工业出版社, 2006.
- [15] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 5195.1-2006 萤石 氟化钙含量的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2007.

Determination of silicon, aluminum, iron, potassium, magnesium and titanium in fluor spar by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

XIE Jian-mei, WANG Zhen-xin, CHEN Yu-ren, WU Bei-lei, YE Jia-mei

(China Certification & Inspection Group Ningbo Co., Ltd., Ningbo 315048, China)

Abstract: The fluor spar sample was fused with sodium hydroxide in zirconium crucible followed by leaching with boric acid solution and acidification with nitric acid. The content of silicon, aluminum, iron, potassium, magnesium and titanium in fluor spar was determined by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES). The determination method of silicon, aluminum, iron, potassium, magnesium

and titanium in fluorspar was established. The influence of matrix effect was discussed. It was found that the signal intensity of potassium was slightly affected by much sodium in solution (4.37-4.83 mg/mL), but the error was less than 2.4%. Meanwhile, its influence on other elements could be negligible. Calcium (120-200 $\mu\text{g/mL}$), boron (56.8-85.2 $\mu\text{g/mL}$) and zirconium ($<4 \mu\text{g/mL}$) had no significant influence on the determination of elements. The effect of acidity was also investigated in experiments. The results indicated that the effect of acidity in certain range could be ignored. The calibration curves of elements were linear under the working conditions with correlation coefficients of $r=0.9999-1.0000$. The detection limits of method were between 3 $\mu\text{g/g}$ and 105 $\mu\text{g/g}$. The determination range could cover the content range of silicon, aluminum, iron, potassium, magnesium and titanium in all fluorspar samples. The content of silicon, aluminum, iron, potassium, magnesium and titanium in certified reference materials including YSB 14791-02, GBW07252, GSB 08-1348-2001 and Fluorspar 2712 was analyzed according to the experimental method. The found results were consistent with the certified values. The relative standard deviations (RSD, $n=5$) were between 0.10% and 9.5%.

Key words: alkali fusion; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES); fluorspar

《分析测试统计方法和质量控制》书讯

由武钢研究院曹宏燕等编著《分析测试统计方法和质量控制》于2017年1月由化学工业出版社出版,全书七十三万字,分十三章。中国工程院王海舟院士、清华大学邓勃教授为本书联袂作序。

本书介绍了分析测试及其试验研究中常用的数理统计方法,包括误差和误差的分布、统计检验、方差分析、正交设计、回归分析等统计方法的理论与实践;本书紧密结合国际标准(ISO)、国家标准(GB)及中国合格评定国家认可委员会(CNAS)等有关实验室管理规范、标准和认可要求,阐述了实验室协同试验和管理中测量结果准确度试验和应用、能力验证及其稳健统计、测量不确定度评定、标准物质研制及其应用、分析方法的评价及分析结果的表示、实验室认可、质量控制图中相关的数理统计方法和质量控制措施,以保证分析实践中分析人员间、实验室间的分析结果的可靠性、可比性和溯源性;本书还简要介绍了分析测试文献资源和检索方法、测试数据的统计处理软件应用等实用性内容。本书以较多实例解读数理统计方法在分析实践及实验室管理规范中的应用,并对其进行细致的分析和讨论;书后附有常用分析测试统计用表。

本书紧密结合分析测试实践和实验室内和实验室间的质量和技术管理,丰富翔实,实践性、可读性强,可供各行业从事分析测试、分析试验研究人员和实验室管理人员阅读,亦可供大专院校相关专业师生参考。

本书十三章的具体章节为:1 分析测试中的误差和误差分布;2 测量值的统计检验;3 方差分析;4 回归分析;5 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)试验及应用;6 测量不确定度及其评定;7 能力验证及其统计方法;8 分析方法的评价与分析结果的表示;9 标准物质及其研制中的统计方法;10 实验室认可;11 分析测试中的质量控制图;12 分析测试文献资源和检索方法;13 分析测试中统计软件应用简介;附录:分析测试统计用表。

本书16开本,464页,书号:ISBN 978-7-122-27707-7,定价98元。读者可通过当当网(<http://www.dangdang.com>),京东网(www.jd.com),化学工业出版社网站(www.cip.com.cn)及其天猫旗舰店(hxgycbs.tmall.com)查询、购买,购书热线:(010)64518888,64519686(传真)。

本书详细信息(内容提要、前言、目录、读者对象、购买等)可在化学工业出版社网站查询。