

# 高压密闭消解-ICP-MS 测定花岗岩和安山岩中微量和痕量元素的含量

ICPMS-179

**摘要：**采用 HNO<sub>3</sub>-HF 高压密闭消解花岗岩和安山岩样品，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了花岗岩 GBW07103 (GSR-1) 和安山岩 GBW07104 (GSR-2) 国家标准物质中微量和痕量元素的含量。分析结果表明：各元素的相关系数  $r > 0.999$ ，方法检出限为 0.0006~0.01 mg/kg，样品测定值和标准值基本吻合。该方法灵敏度高、线性范围宽、重复性好、效率高、准确度高，适用于批量地质调查样品的分析。

**关键词：**花岗岩 安山岩 微量和痕量元素 ICP-MS

花岗岩为深层酸性岩，安山岩是中性喷出岩，两者都是火成岩。花岗岩是大陆地壳的主要组成部分，是一种岩浆在地表以下凝结形成的火成岩，属于深层侵入岩。全岩样品中各元素的准确测试是地球科学研究的重要手段和依据。微量和痕量元素可以作为地质-地球化学的指示剂，在解决当代地球科学的基础理论问题、为人类提供足够资源和良好生存环境等方面发

挥重要作用。

本文采用 HNO<sub>3</sub>-HF 高压密闭消解花岗岩 GBW 07103 (GSR-1) 和安山岩 GBW07104 (GSR-2) 国家标准物质中微量和痕量元素的含量，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列测定样品中的微量和痕量元素的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO<sub>3</sub> 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品前处理

准确称取 50 mg (精确至 0.0001 g) 烘干样品于 PTFE 内胆中，加入 1.5 mL HNO<sub>3</sub> (摇匀) 和 1.50 mL HF，加盖及钢套密闭，放入烘箱中于 190°C 加热并保持 48 h 以上。冷却后取出内胆，置于电热板上蒸至湿盐状，再加入 1 mL HNO<sub>3</sub> 蒸干 (除去残余的 HF)。最后再加入 3 mL HNO<sub>3</sub> (1:1)，0.5 mL 1 μg/mL 的 Rh 溶液。加盖及钢套密闭，放入 150°C 的烘箱中保持 4h，以保证对样品的完全提取。冷却后，将提取液转移至干净的 PET (聚酯) 瓶中，用 1% 的 HNO<sub>3</sub> 定容至 50 mL，随同做空白样品溶液。

### 1.4 仪器参数

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气	9.0 L/min
辅助气	1.10 L/min	载气	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	采样锥 / 截取锥	铜锥 / 镍锥
碰撞气	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

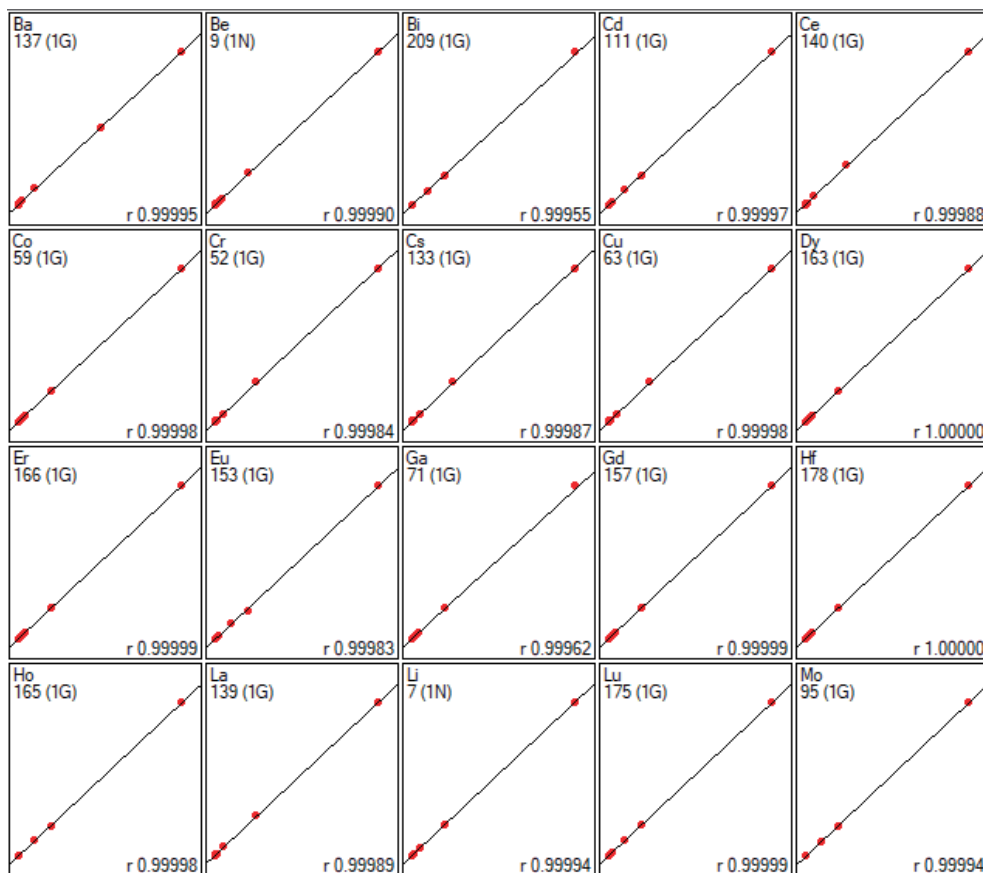
利用 1% 硝酸水溶液配制混合标准溶液，加入 Rh 内标溶液，浓度为 10  $\mu\text{g/L}$ 。各元素标准溶液浓度见表 2。

表 2 标准曲线溶液浓度系列

分析元素	标准溶液浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )								
	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8
Bi, Cd, Eu, Ho, Lu, Mo, Tb, Tl, Ti, Tm	0	0.10	0.50	1.00	5.00	--	--	--	--
Be, Co, Dy, Er, Ga, Gd, Hf, Ni, Pr, Sc, Sm, Sn, Yb	0	--	0.50	1.00	5.00	25.0	--	--	--
U	0	--	1.00	2.00	10.0	50.0	--	--	--
Ce, Cr, Cs, Cu, La, Nb, Nd, Pb, Th, V, Y, Zn	0	--	--	1.00	5.00	25.0	100	--	--
Li, Rb, Zr	0	--	--	1.00	5.00	25.0	100	500	--
Ba, Sr	0	--	--	--	5.00	25.0	100	500	1000

### 2.2 标准曲线

各元素标准曲线如图 1。



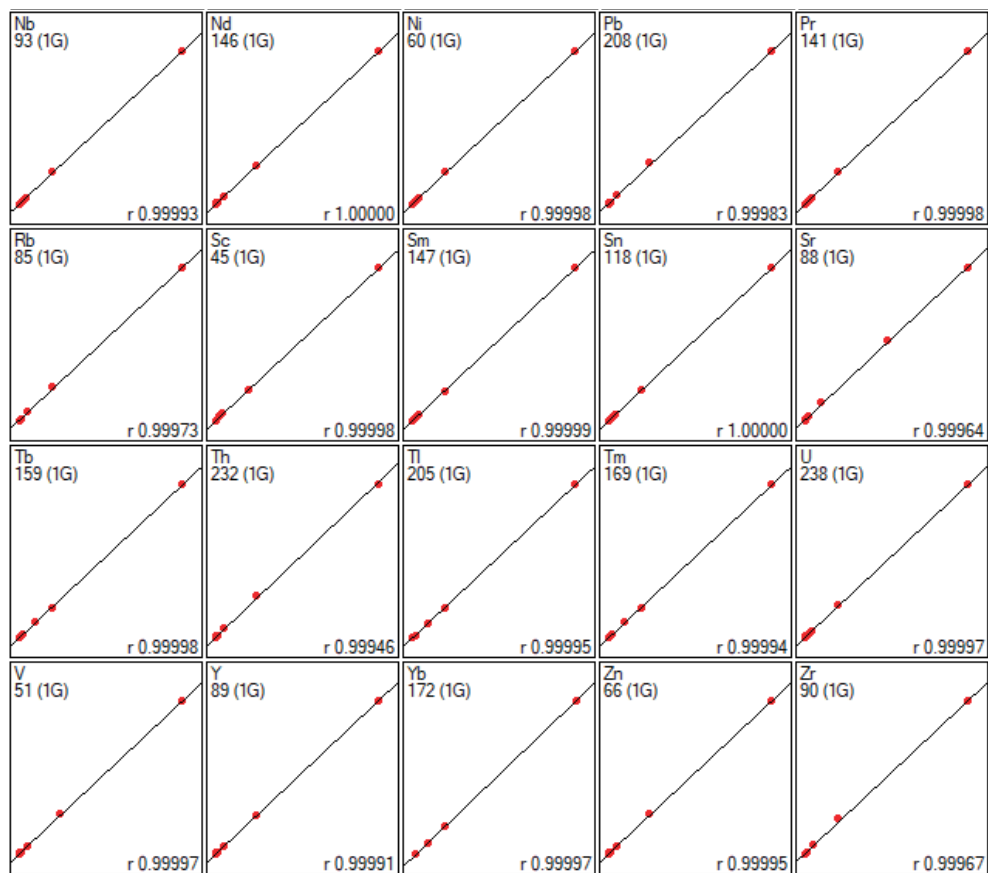


图 1 各元素标准曲线

### 2.3 方法检出限

按照实验方法，对方法空白溶液重复测定 10 次，取强度标准偏差的 3 倍除以曲线斜率求得各元素的检出限，按前处理方法计算方法检出限。

表 3 方法检出限 (mg/kg)

分析元素	检出限	分析元素	检出限	分析元素	检出限	分析元素	检出限
<sup>138</sup> Ba	0.08	<sup>166</sup> Er	0.004	<sup>93</sup> Nb	0.01	<sup>159</sup> Tb	0.0006
<sup>9</sup> Be*	0.01	<sup>153</sup> Eu	0.001	<sup>146</sup> Nd	0.006	<sup>232</sup> Th	0.0007
<sup>209</sup> Bi	0.005	<sup>71</sup> Ga	0.02	<sup>60</sup> Ni	0.08	<sup>205</sup> Tl	0.01
<sup>111</sup> Cd	0.01	<sup>157</sup> Gd	0.001	<sup>208</sup> Pb	0.03	<sup>169</sup> Tm	0.0006
<sup>140</sup> Ce	0.001	<sup>178</sup> Hf	0.003	<sup>141</sup> Pr	0.0002	<sup>238</sup> U	0.005
<sup>59</sup> Co	0.003	<sup>165</sup> Ho	0.002	<sup>85</sup> Rb	0.02	<sup>51</sup> V	0.02
<sup>52</sup> Cr	0.06	<sup>139</sup> La	0.003	<sup>45</sup> Sc	0.04	<sup>89</sup> Y	0.006
<sup>133</sup> Cs	0.01	<sup>7</sup> Li*	0.004	<sup>147</sup> Sm	0.007	<sup>172</sup> Yb	0.01
<sup>63</sup> Cu	0.02	<sup>175</sup> Lu	0.002	<sup>118</sup> Sn	0.0008	<sup>66</sup> Zn	0.05
<sup>163</sup> Dy	0.002	<sup>95</sup> Mo	0.02	<sup>88</sup> Sr	0.03	<sup>90</sup> Zr	0.02

备注：\* 代表无碰撞模式

## 2.4 分析结果

按照实验方法，对国家标准物质花岗岩 GBW07103 (GSR-1) 和安山岩 GBW07103 (GSR-2) 进行测定，测定结果见表 4，样品分析结果和标准值基本吻合。

表 3 方法检出限 (mg/kg)

分析元素	花岗岩 GBW07103 (GSR-1)			安山岩 GBW07104 (GSR-2)		
	分析结果	RSD (%, n=3)	标准值	分析结果	RSD (%, n=3)	标准值
<sup>138</sup> Ba	331	0.93	343±45	1050	1.52	1020±70
<sup>9</sup> Be	11.3	2.89	12.4±2.1	0.9	3.71	1.1±0.2
<sup>209</sup> Bi	0.61	0.37	0.53±0.09	0.069	4.14	0.081±0.025
<sup>111</sup> Cd	0.039	23.3	0.029±0.014	0.056	22.7	0.061±0.021
<sup>140</sup> Ce	112	2.20	108±11	43	0.10	40±3
<sup>59</sup> Co	2.5	1.63	3.4±1	11.9	0.71	13.2±1.5
<sup>52</sup> Cr	1.4*	8.63*	3.6±1.1	29	2.89	32±5
<sup>133</sup> Cs	34.9*	0.84	38.4±1.5	1.7	0.68	2.3±0.7
<sup>63</sup> Cu	1.5*	1.00	3.2±1.3	53	0.45	55±4
<sup>163</sup> Dy	10.2	0.72	10.2±0.4	1.65	4.29	1.85±0.2
<sup>166</sup> Er	6.6	1.10	6.5±0.4	0.82	3.58	0.85±0.16
<sup>153</sup> Eu	0.83	5.28	0.85±0.1	1.01	4.22	1.02±0.07
<sup>71</sup> Ga	17	2.52	19±2	16.1	2.96	18.1±2.1
<sup>157</sup> Gd	9.4	0.87	9.3±0.8	2.7	0.71	2.7±0.4
<sup>178</sup> Hf	5.9	0.84	6.3±0.8	2.6	4.80	2.9±0.5
<sup>165</sup> Ho	2.13	1.62	2.05±0.22	0.32	4.56	0.34±0.03
<sup>139</sup> La	54.0	2.07	53.9±1.2	21	1.60	22±3
<sup>7</sup> Li	134	0.71	131±7	16.8*	4.78	18.3±0.9
<sup>175</sup> Lu	1.13	1.46	1.15±0.12	0.11	3.78	0.12±0.04
<sup>95</sup> Mo	3.4	0.08	3.5±0.3	0.64	5.27	0.54±0.14
<sup>93</sup> Nb	45	6.44	40±4	7.5	8.30	6.8±2.2
<sup>146</sup> Nd	44	3.02	47±5	17	2.81	19±2
<sup>60</sup> Ni	1.3	2.41	2.3±1.2	16	0.39	17±2
<sup>208</sup> Pb	34	1.65	31±4	11.3	1.65	11.3±2.8
<sup>141</sup> Pr	12.7	1.44	12.7±0.8	4.7	0.77	4.9±0.4
<sup>85</sup> Rb	460	0.62	466±26	38	0.22	38±5
<sup>45</sup> Sc	7.0	4.94	6.1±0.6	7.7*	2.65	9.5±1.1
<sup>147</sup> Sm	9.4	2.87	9.7±1.2	3.1	2.06	3.4±0.3
<sup>118</sup> Sn	14.3	1.54	12.5±2	0.88	6.47	0.79±0.26
<sup>88</sup> Sr	107	0.78	106±9	839	2.51	790±54
<sup>159</sup> Tb	1.52	2.39	1.65±0.13	0.32	4.63	0.41±0.07

分析元素	花岗岩 GBW07103 (GSR-1)			安山岩 GBW07104 (GSR-2)		
	分析结果	RSD (%, n=3)	标准值	分析结果	RSD (%, n=3)	标准值
<sup>232</sup> Th	57	0.31	54±4	2.6	3.42	2.6±0.4
<sup>205</sup> Tl	2.18	1.14	1.93±0.55	0.16	4.93	0.16±0.06
<sup>169</sup> Tm	1.10	1.68	1.06±0.11	0.13	6.37	0.15±0.05
<sup>238</sup> U	20.6	3.27	18.8±2.2	0.9	5.95	0.9±0.28
<sup>51</sup> V	21	1.57	24±3	92	1.16	94±6
<sup>89</sup> Y	58	0.92	62±7	7.5	1.77	9.3±1.8
<sup>172</sup> Yb	7.7	0.85	7.4±0.7	0.69	3.72	0.89±0.2
<sup>66</sup> Zn	22*	1.68	28±4	60*	1.24	71±7
<sup>90</sup> Zr	173	1.08	167±14	100	1.94	99±16

备注：带 \* 数值比标准值偏低，可能和样品溶液放置时间较长有关。

## ■ 结论

本文采用电感耦合等离子体质谱仪测定花岗岩 GBW07103 (GSR-1) 和安山岩 GBW07104 (GSR-2) 40 种微量和痕量元素含量，样品分析结果与标准值基本吻合，该方法灵敏度高，线性范围宽，重复性好，效率高，准确度高，适用于地质调查样品的批量分析。

岛津应用云

