

ICP-AES 测定海洋沉积物锰结壳中的常量、微量元素

ICP-060

摘要：参考《GB/T20260-2006 海底沉积物化学分析方法》标准，采用高压消解罐法前处理锰结壳样品，ICP-AES法测定了锰结壳 GBW07296 和 GSMC-1 标准物质中的 18 种金属元素含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好，能够同时测定结壳中的常量、微量元素，该方法检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合。

关键词：海洋沉积物 锰结壳 常量 微量 元素 元素间校正

开发海洋资源，保护海洋环境和维护国家的海洋权益是当今的世界潮流。当今资源与环境密不可分，但无论是矿产资源开发还是海洋环境保护，首先都要弄清其化学成分，因此分析技术研究总是前期研究工作中必不可少的重要一环。海洋沉积物 (marine sediments) 是指

各种海洋沉积作用所形成的海底沉积物的总称，海洋沉积物中常量、微量元素的测定，是海洋科学、环境保护、地化研究必不可少的内容之一。本文使用 ICP-AES 法研究测定了锰结壳 GBW07296 和 GSMC-1 标准物质中的 18 种金属元素含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃ 和 HF 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

将锰结壳标准样品 GBW07296 和 GSMC-1 置于烘箱内 50℃ 烘干后，转移至玛瑙研钵中碎样至 200 目待用。将粉碎后的样品于 105℃ 烘干 3 小时后，冷却至室温，然后准确称取约 50.00 mg 样品于聚四氟乙烯内罐

中，去离子水润湿样品，加入 1.50 mL HNO₃ (摇匀) 和 1.50 mL HF，加盖及钢套密闭，放入烘箱中于 195℃ 加热并保持 48 h 以上。冷却后取出内罐，置于电热板上蒸至湿盐状，再加入 1 mL HNO₃ 蒸干 (除去残余的 HF)。最后再加入 3 mL 高纯 HNO₃ (1:1)，加盖及钢套密闭，放入 150℃ 的烘箱中保持 24 h，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) 容量瓶中，去离子水稀释至 25.00 g，待测。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果与讨论

2.1 标准曲线

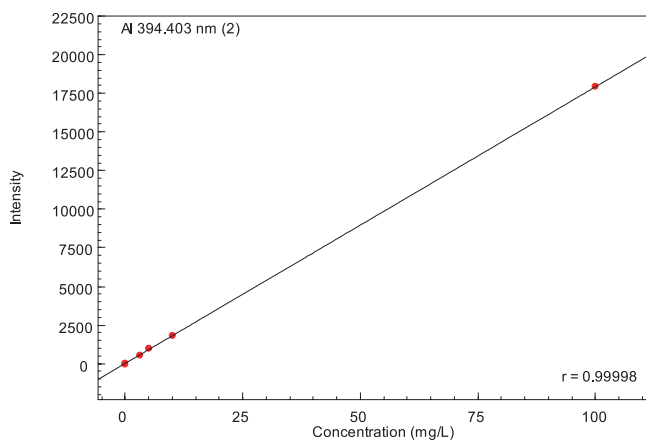
使用 6% 硝酸配制 Al, Ba, Ce, Co, Cu, K, Na, La, Mo, Ni, P, Pb, Sr, Ti, V, Y, Zn 和 Zr 的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	波长 (nm)	标准曲线浓度(mg/L)					
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Al*	394.403	0	--	3.0	5.0	10	100
Cu*	324.754	0	1.0	3.0	5.0	20	--
Co*	238.892	0	1.0	3.0	5.0	30	--
Pb	220.353	0	1.0	3.0	5.0	--	--
Ni*	221.647	0	1.0	3.0	5.0	30	--
Ba*	455.403	0	0.5	1.0	5.0	--	--
Sr*	407.771	0	0.5	1.0	5.0	--	--
K*	766.490	0	1.0	3.0	5.0	20	--
Ti*	334.941	0	--	1.0	3.0	10	50
Na*	589.592	0	--	1.0	3.0	10	50
P*	178.287	0	1.0	3.0	5.0	20	--
Ce	413.380	0	0.5	1.0	3.0	--	--
Mo	202.030	0	0.5	1.0	3.0	--	--
V*	292.402	0	0.5	1.0	3.0	--	--
Zn*	206.200	0	0.5	1.0	3.0	--	--
Zr*	339.198	0	0.5	1.0	3.0	--	--
La	398.852	0	0.5	1.0	3.0	--	--
Y*	371.030	0	0.5	1.0	3.0	--	--

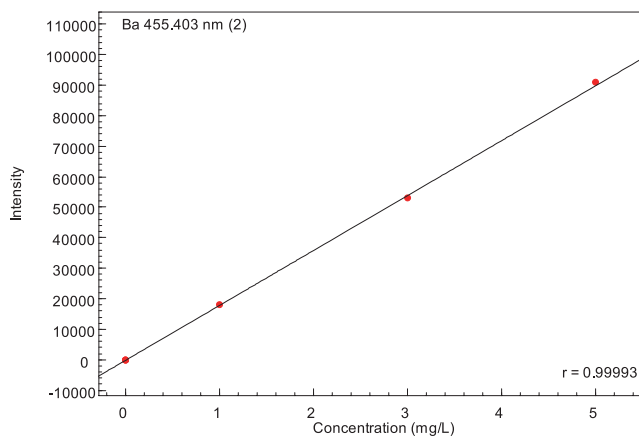
注：*纵向观测

各元素标准曲线如下:



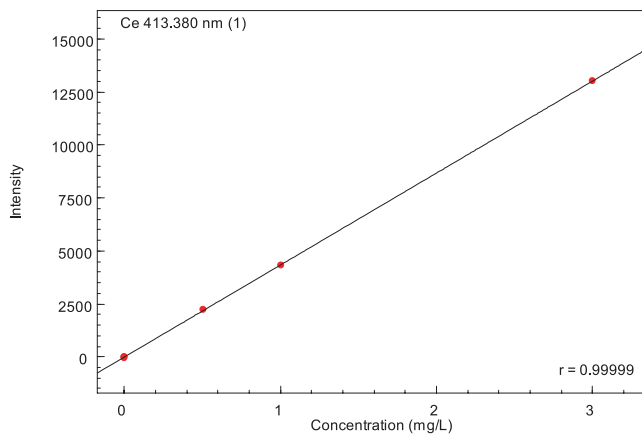
R=0.99998

图 1 铝的标准曲线



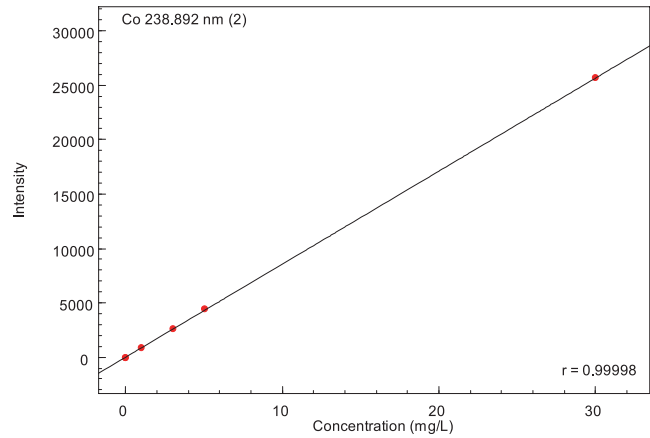
R=0.99993

图 2 钡的标准曲线



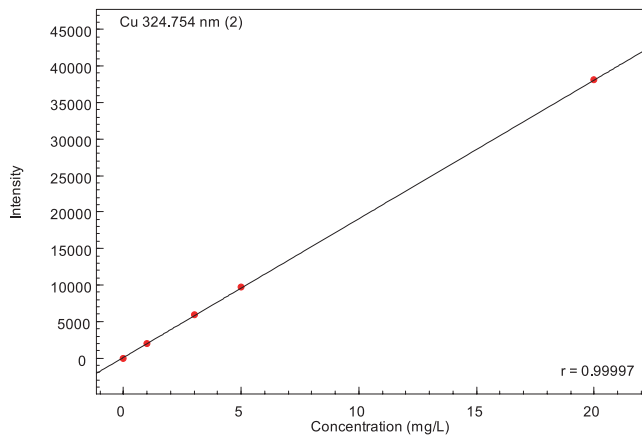
R=0.99999

图 3 铈的标准曲线



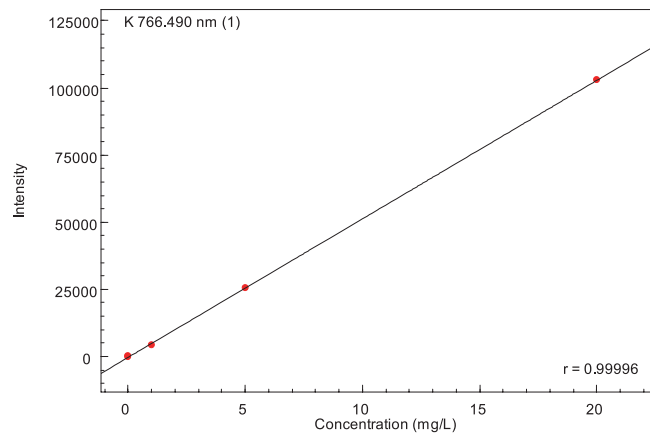
R=0.99999

图 4 钴的标准曲线



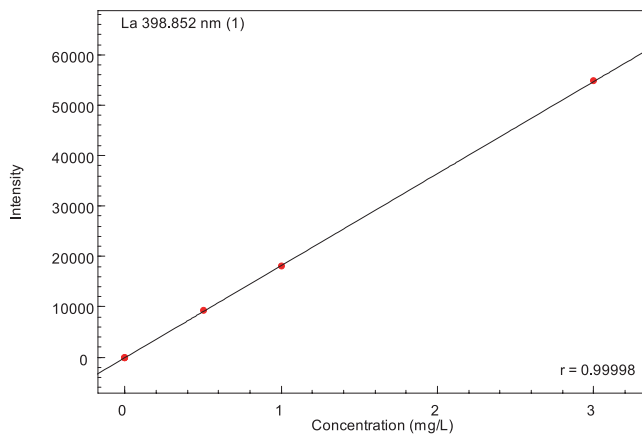
R=0.99997

图 5 铜的标准曲线



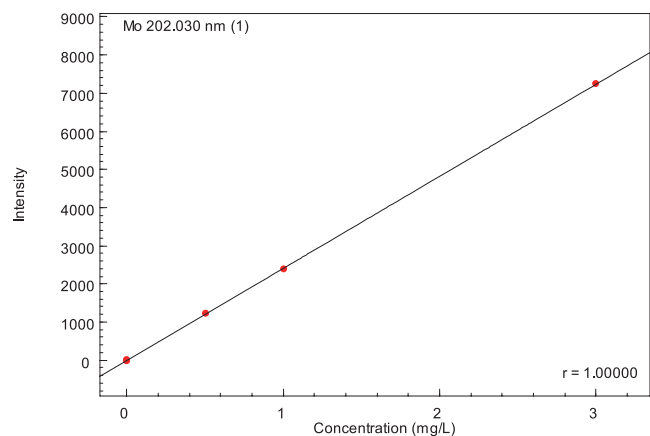
R=0.99996

图 6 钾的标准曲线



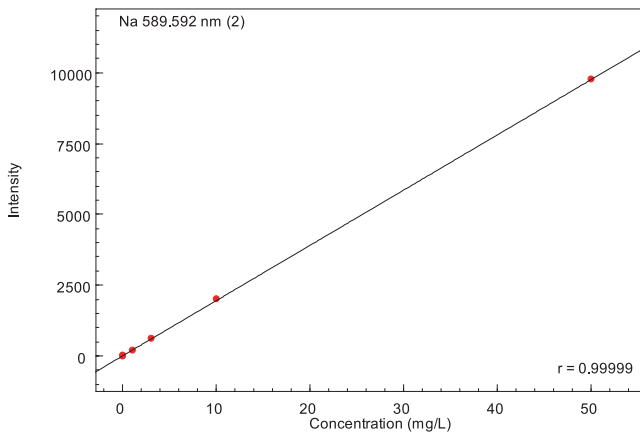
R=0.99996

图 7 镧的标准曲线



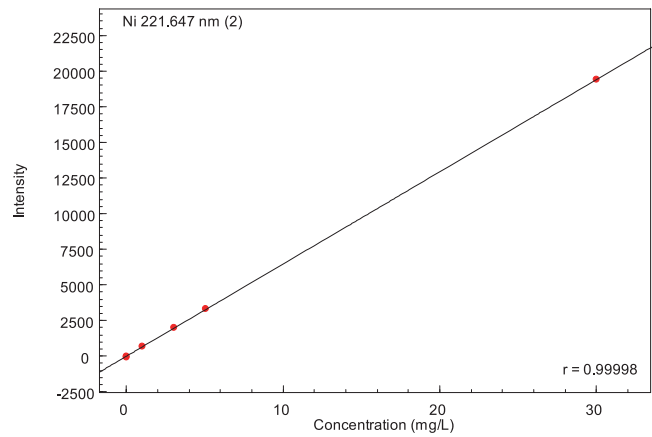
R=1.00000

图 8 钼的标准曲线



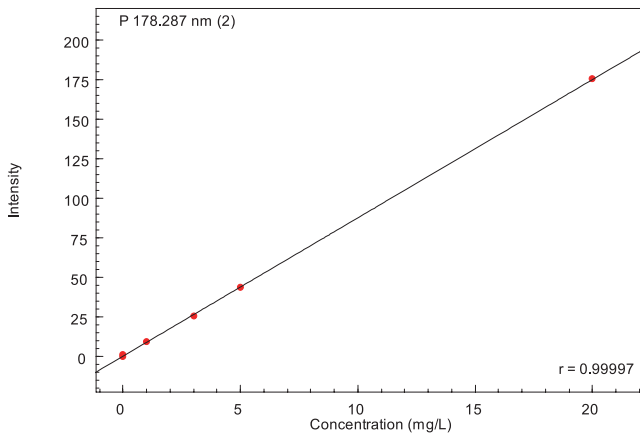
R=0.99989

图 9 钠的标准曲线



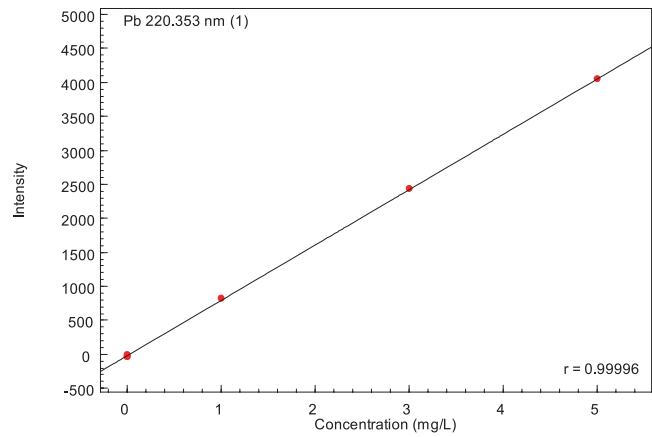
R=0.99998

图 10 镍的标准曲线



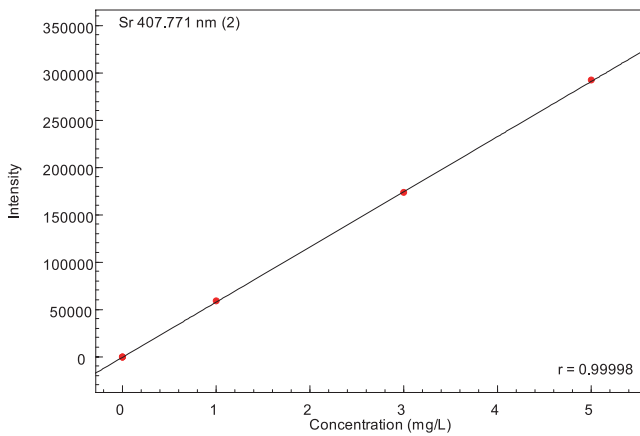
R=0.99997

图 11 磷的标准曲线



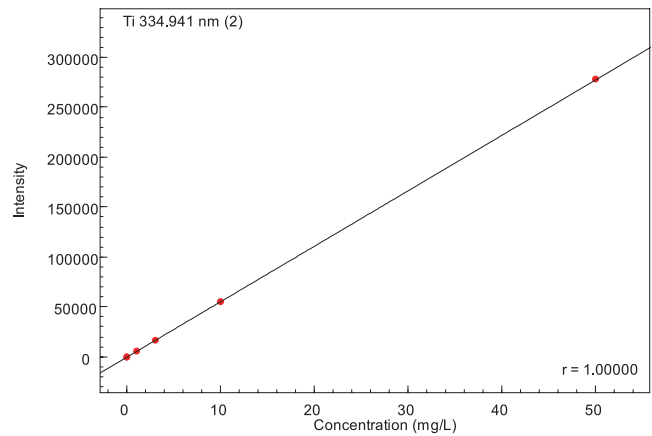
R=0.99996

图 12 铅的标准曲线



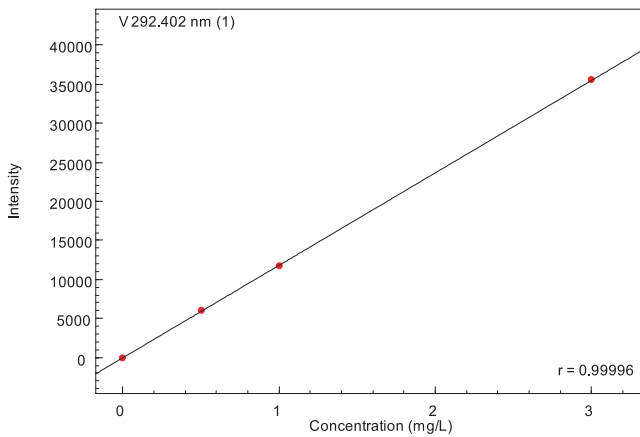
R=0.99998

图 13 锶的标准曲线



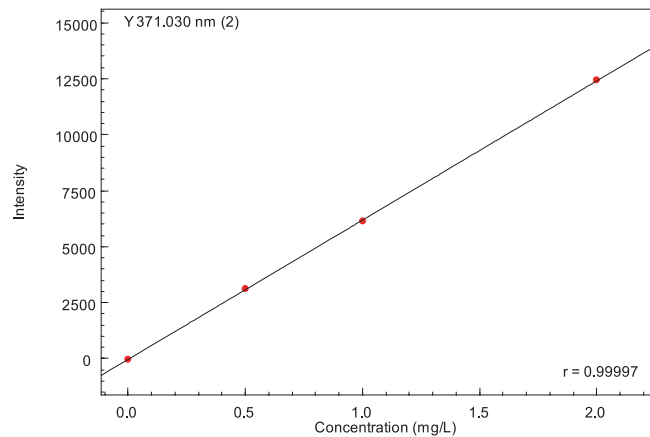
R=1.00000

图 14 钛的标准曲线



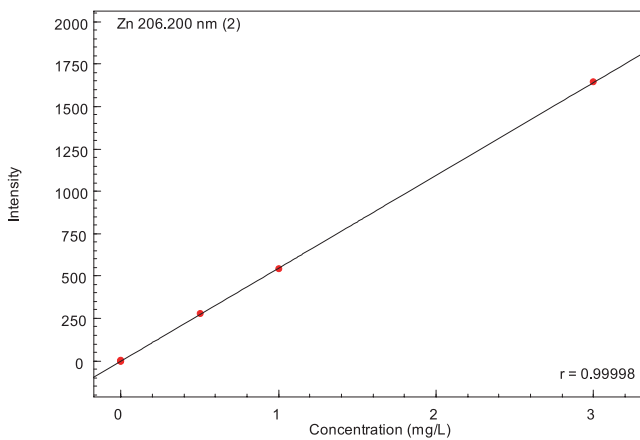
R=0.99996

图 15 钒的标准曲线



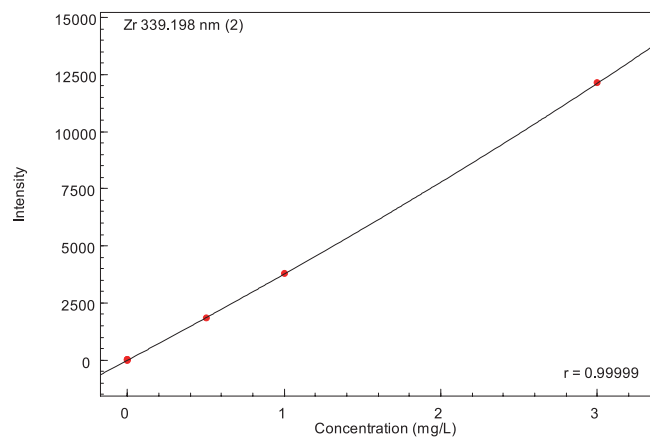
R=0.99997

图 16 钇的标准曲线



R=0.99998

图 17 锌的标准曲线



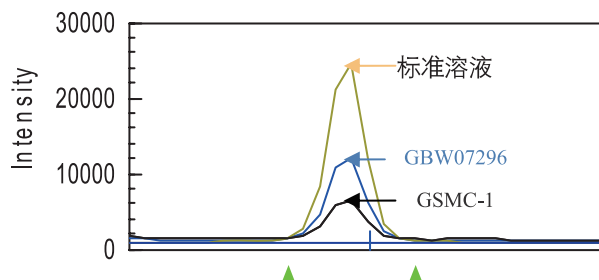
R=0.99999

图 18 锆的标准曲线

2.2 部分元素谱峰轮廓

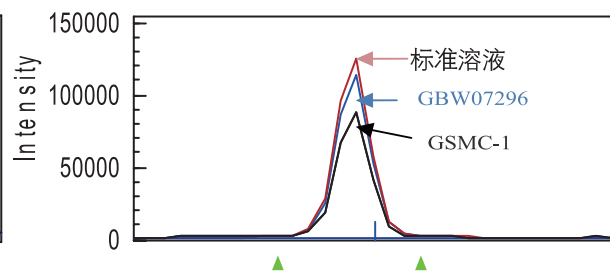
Al 394.403 Best

条件2



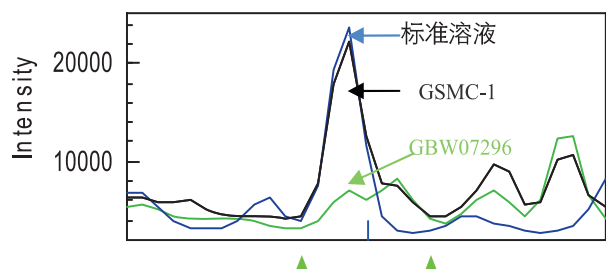
Ba 455.403 Best

条件2



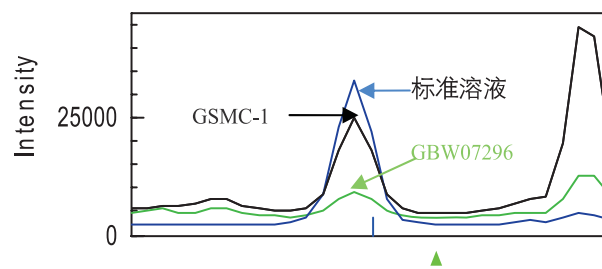
Ce 413.380 Best

条件1



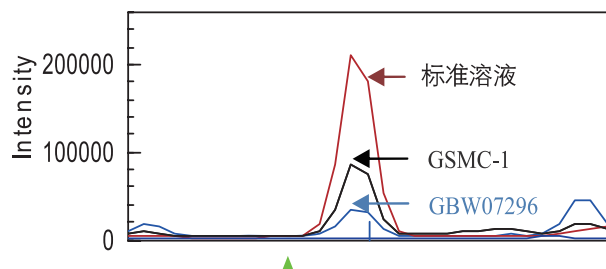
La 398.852 Best

条件1



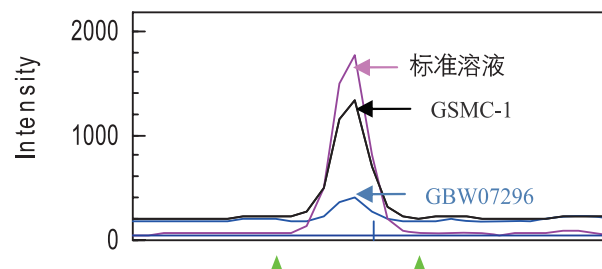
Zr 339.198 Best

条件1



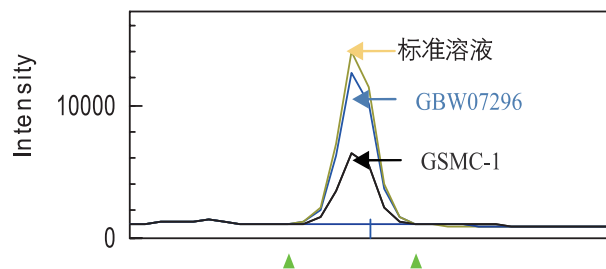
P 178.287 Best

条件1



Na 589.592 Best

条件2



Y 371.030 Best

条件2

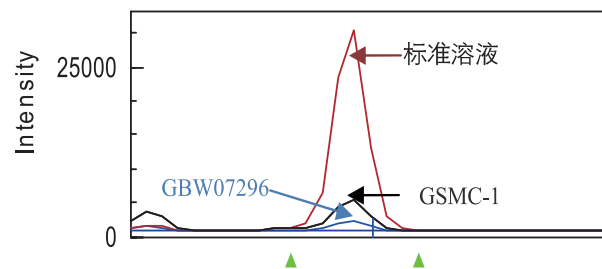


图 19 部分元素的谱峰轮廓图

2.3 锰结壳样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量锰结壳标准品中的各元素，同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限。

表 3 锰结壳 GBW07296 样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GBW07296 标准值	GBW07296 测定结果	单位	RSD (%)
Al ₂ O ₃	0.03	4.7 ± 0.3	4.40	%	0.54
Ba	0.0004	0.24 ± 0.02	0.226	%	0.7
Ce	0.002	249 ± 21	253	μg/g	0.48
Co	0.0005	0.17 ± 0.01	0.16	%	1.25
Cu	0.001	1.36 ± 0.04	1.40	%	0.72

K ₂ O	0.02	1.14 ± 0.05	1.09	%	1.95
La	0.0003	96 ± 10	91.3	µg/g	0.68
Mo	0.0007	622 ± 37	590	µg/g	0.62
Na ₂ O	0.05	3.03 ± 0.14	2.95	%	0.54
Ni	0.004	1.55 ± 0.07	1.53	%	0.5
P ₂ O ₅	0.03	0.37 ± 0.06	0.33	%	2.04
Pb	0.004	328 ± 33	308	µg/g	0.43
Sr	0.0001	561 ± 62	540	µg/g	0.77
TiO ₂	0.001	0.54 ± 0.04	0.50	%	0.70
V	0.0003	442 ± 51	414	µg/g	0.07
Y	0.001	84 ± 3	81.60	µg/g	0.20
Zn	0.004	0.16 ± 0.01	0.156	%	0.76
Zr	0.0001	256 ± 31	241	µg/g	0.33

表 4 锰结壳 GSMC-1 样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GSMC-1 标准值	GSMC-16 测定结果	单位	RSD (%)
Al ₂ O ₃	0.03	2.1 ± 0.1	2.04	%	0.53
Ba	0.0004	0.185 ± 0.07	0.177	%	0.62
Ce	0.002	0.132 ± 0.07	0.132	%	0.68
Co	0.0005	1.30 ± 0.09	1.29	%	0.49
Cu	0.001	0.14 ± 0.01	0.138	%	0.41
K ₂ O	0.02	0.76 ± 0.06	0.79	%	1.09
La	0.0003	352 ± 23	330	µg/g	0.73
Mo	0.0007	493 ± 22	474	µg/g	0.78
Na ₂ O	0.05	1.47 ± 0.08	1.41	%	0.51
Ni	0.004	0.44 ± 0.02	0.44	%	0.13
P ₂ O ₅	0.03	1.59 ± 0.09	1.60	%	0.2
Pb	0.004	0.15 ± 0.01	0.14	µg/g	1.21
Sr	0.0001	0.147 ± 0.07	0.149	µg/g	0.52
TiO ₂	0.001	2.2 ± 0.2	2.13	%	0.59
V	0.0003	603 ± 53	600	µg/g	0.46
Y	0.001	239 ± 9	237	µg/g	0.66
Zn	0.004	676 ± 70	675	µg/g	0.31
Zr	0.0001	656 ± 46	610	µg/g	0.26

结论

参考《GB/T20260-2006 海底沉积物化学分析方法》标准,采用高压消解罐法前处理锰结壳样品,ICP-AES法测定了锰结壳 GBW07296 和 GSMC-1 标准物质中的 18 种金属元素含量。实验结果表明,该方法线性相关系数良好,能够同时测定结壳中的常量、微量元素,该方法检出限低,精密度高,分析结果与标准值相吻合。