

# ICP-AES 测定玄武岩中的微量元素

## ICP-061

**摘要：**采用高压消解罐法前处理玄武岩样品，ICP-AES 法测定了玄武岩 GBW07105 标准物质中的 8 种微量金属元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好，可同时测定玄武岩中的微量元素，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：**地质 玄武岩 微量元素 元素间校正

玄武岩 (basalt) 属基性火山岩。是地球洋壳和月球月海的最主要组成物质，也是地球陆壳和月球月陆的重要组成物质。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。微量元素可作为地质 - 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。本文使用 ICP-AES 法研究测定了玄武岩 GBW07105 标准物质中的 8 种微量金属元素的含量。

### 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 HNO<sub>3</sub>、HF 和 HCl 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

精确称取 0.1000 g 试样于封闭溶样器的聚四氟乙烯内罐中，加入 1 mL HNO<sub>3</sub>、2 mL HF，盖上聚四氟乙

烯上盖，装入钢套中，拧紧钢套盖。将高压消解罐放入烘箱中，190℃下保持 48 h。冷却后，取出聚四氟乙烯内罐，在电热板上于 165℃蒸发至干。然后再加入 1 mL HNO<sub>3</sub> 蒸发至干，此步骤再重复一次。最后，加入 5 mL 6 mol/L HCl，再次封闭于钢套中，150℃保持 5 h，冷却后定容至 25 mL，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/纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

### 结果与讨论

#### 2.1 标准曲线配制

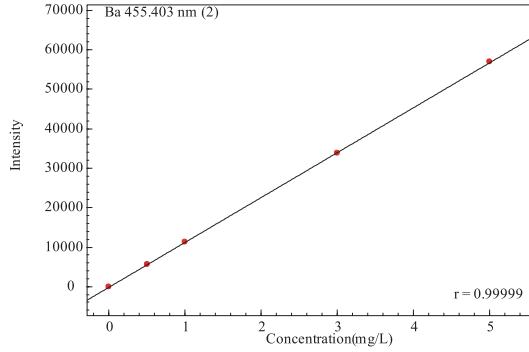
使用 8% 盐酸配制 Ba, Ce, Cr, Mn, Ni, Sr, V, 和 Zn 的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

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
Ba*	455.403	0	0.5	1.0	3.0	5.0
Ce	413.380	0	0.5	1.0	2.0	3.0
Cr	267.716	0	0.5	1.0	2.0	3.0
Mn*	257.610	0	1.0	3.0	5.0	10.0
Ni	231.604	0	0.5	1.0	2.0	3.0
Sr*	407.771	0	1.0	3.0	5.0	10.0
V	290.882	0	0.5	1.0	2.0	3.0
	202.548	0	0.5	1.0	2.0	3.0

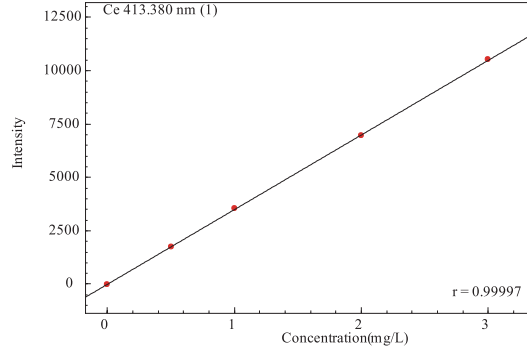
注：\*纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线



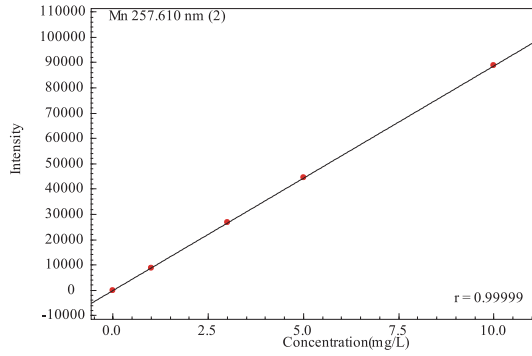
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 8.786671e-005$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = 0.0055360$  零截距: 无  
 检出限( $3\sigma$ ) = 0.0014156 定量下限( $10\sigma$ ) = 0.0047187

图 1 Ba 标准曲线



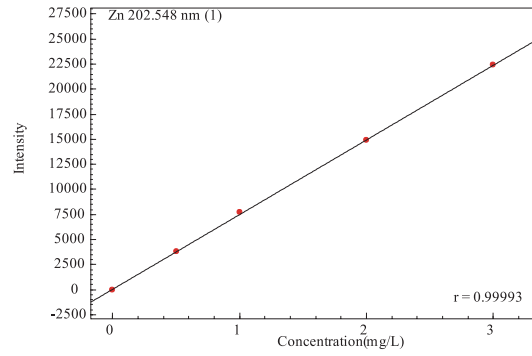
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 2.859310e-004$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = -0.0028486$  零截距: 无  
 检出限( $3\sigma$ ) = 0.0024643 定量下限( $10\sigma$ ) = 0.0082144

图 2 Ce 标准曲线



计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 1.126953e-004$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = -0.0072086$  零截距: 无  
 检出限( $3\sigma$ ) = 0.0013735 定量下限( $10\sigma$ ) = 0.0045782

图 3 Mn 标准曲线



计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数:  $a = 0.0000000$   $c = 1.343258e-004$  权重: 无  
 $b = 0.0000000$   $d = -0.0112778$  零截距: 无  
 检出限( $3\sigma$ ) = 4.113691e-004 定量下限( $10\sigma$ ) = 0.0013712

图 4 Zn 标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Ba 455.403 Best

条件2

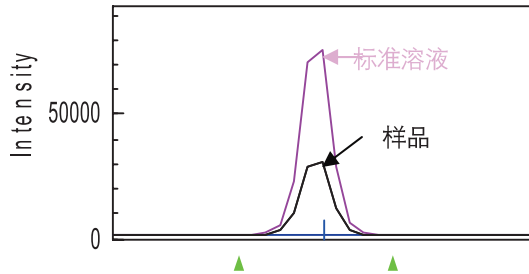


图 5 Ba 元素谱峰轮廓图

Ce 413.380 Best

条件1

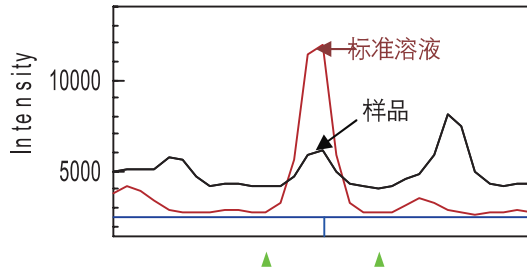


图 6 Ce 元素谱峰轮廓图

Cr 267.716 Best

条件1

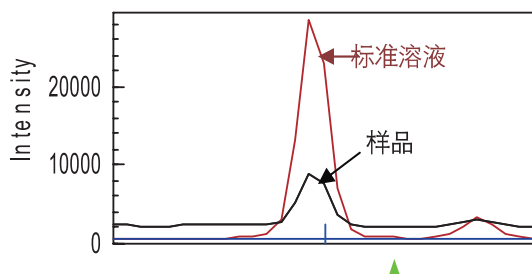


图7 Cr元素谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best

条件2

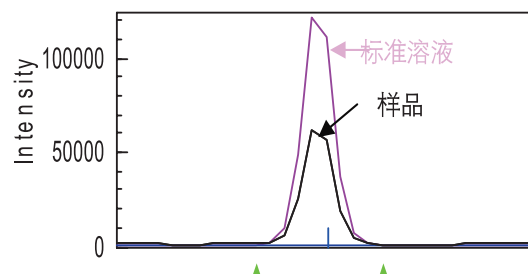


图8 Mn元素谱峰轮廓图

### 2.3 玄武岩样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量玄武岩标准品中的各元素，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 玄武岩 GBW07105 样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/L)	GBW07105 标准值	测定结果	单位	RSD (%)
Ba	0.001	527±40	494	μg/g	0.38
Ce	0.003	105±12	97	μg/g	0.70
Cr	0.0005	134±16	118	μg/g	1.13
Mn	0.001	1310±61	1250	μg/g	0.13
Ni	0.0005	140±11	134	μg/g	1.53
Sr	0.0004	1100±64	1080	μg/g	0.35
V	0.0003	167±17	152	μg/g	0.34
Zn	0.02	150±15	153	μg/g	0.94

## 结论

采用硝酸-氢氟酸封闭高压消解罐法前处理玄武岩标准样品，ICP-AES 法测定了玄武岩 GBW07105 标准物质中的 8 种微量金属元素的含量。该方法检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合，适用于玄武岩样品中微量元素的定量分析。