

ICP-AES 测定正长岩岩中的微量元素

ICP-078

摘要 采用高压消解罐法前处理正长岩样品,ICP-AES法测定了正长岩GBW07109标准物质中的8种微量元素的含量。实验结果表明,该方法线性相关系数良好($r>0.9999$),精密度高($RSD<3\%$),测定结果准确,分析结果与标准值相吻合,一次进样,可同时测定正长岩中的微量元素。

关键词: 地质 正长岩 微量元素 ICP-AES

正长岩(syenite)是一种中性深成侵入岩,主要由碱性长石(正长石、微斜长石、条纹长石)组成,是一种良好的建筑材料。岩石的化学组成研究是解决地质上诸多问题的基本方法之一。ICP-AES是地质样品中多元

素,尤其是微量元素同时分析的重要技术,因此广泛应用于矿石的分析。本文使用ICP-AES法研究测定了正长岩GBW07109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_3 、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

内精确称取0.1000g试样于封闭溶样器的聚四氟乙烯内罐中,加入1mL HNO_3 、2mL 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48h。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1mL HNO_3 蒸发至干,此步骤再重复一次。最后,加入5mL 6mol/L的HCl,再次封闭于钢套中,150℃保持5h,冷却后定容至50mL,待测。

1.4 仪器参数

对于常量元素,如Mg, Mn等,适合采用纵向观测,可在较大线性范围内准确定量分析;对于微量的元素,如Pb, Be等,适合采用轴向观测,可提高检测灵敏度。利用ICPE-9000的轴向、纵向观测自动切换功能,可同时得到轴向、纵向测定数据。仪器工作条件如表1所示。

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 |

结果讨论

2.1 标准曲线配制

使用5%盐酸配制各元素的不同浓度标准溶液于100mL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) | | | |
|-----|----------|---------------|------|------|------|
| | | STD1 | STD2 | STD3 | STD4 |
| Mg* | 383.826 | 0 | 1 | 5 | 25 |
| Ti* | 336.121 | 0 | 1 | 5 | 25 |
| Mn* | 257.610 | 0 | 0.2 | 1 | 5 |
| Ba* | 455.403 | 0 | 0.05 | 0.2 | 1 |
| B | 208.959 | 0 | 0.05 | 0.2 | 1 |
| Be | 313.042 | 0 | 0.05 | 0.2 | 1 |
| V | 292.402 | 0 | 0.05 | 0.2 | 1 |
| Pb | 220..353 | 0 | 0.05 | 0.2 | 1 |

注：* 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线

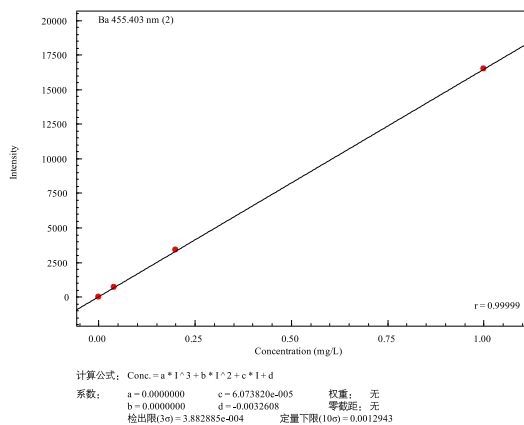


图 1 钡元素标准曲线

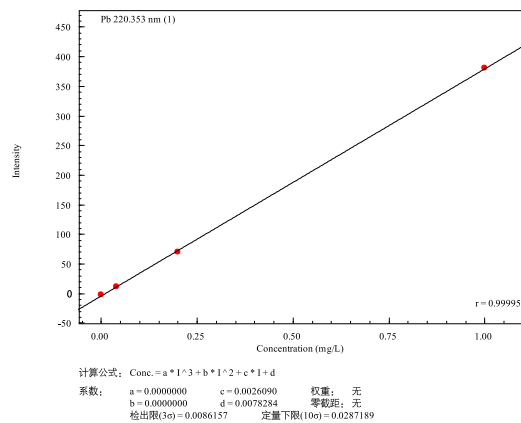


图 2 铅元素标准曲线

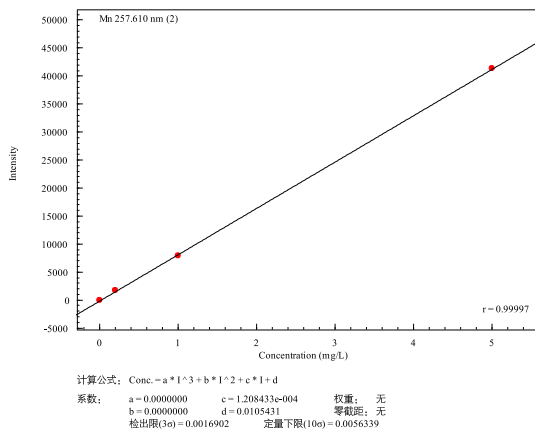


图 3 锰元素标准曲线

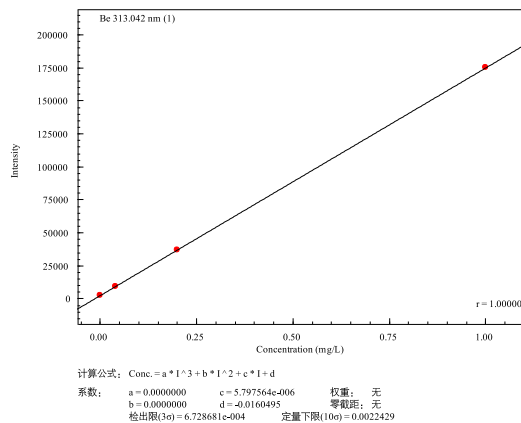


图 4 铍元素标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

V 292.402 Best
条件1

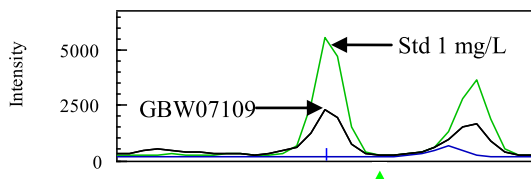


图 5 钒元素谱峰轮廓图

Pb 220.353 Best
条件1

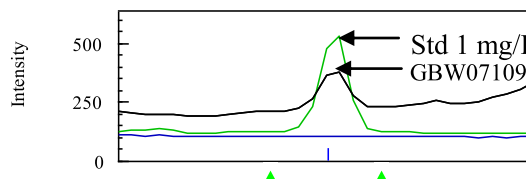


图 6 铅元素谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best
条件2

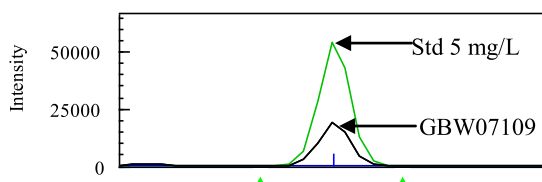


图 7 锰元素谱峰轮廓图

Ba 455.403 Best
条件2

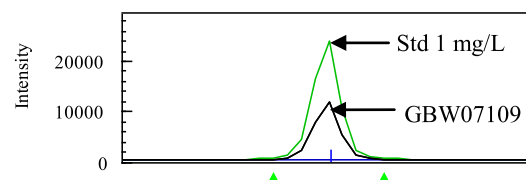


图 8 钡元素谱峰轮廓图

Mg 383.826 Best
条件2

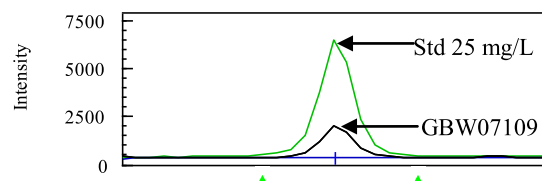


图 9 镁元素谱峰轮廓图

Ti 336.121 Best
条件2

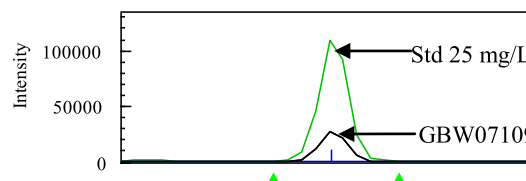


图 10 钛元素谱峰轮廓图

2.4 正长岩样品分析结果及检出限

利用 ICPE-9000 法直接测量正长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 正长岩 GBW07109 样品分析结果

| 元素 | 方法检出限 (mg/L) | GBW07109 标准值 | 测定结果 | 单位 | RSD (%) |
|--------------------|-----------------|-----------------|-------|------|------------|
| MgO* | 0.079 | 0.65±0.1 | 0.573 | % | 0.29 |
| TiO ₂ * | 0.0011 | 0.48±0.04 | 0.50 | % | 1.26 |
| MnO* | 0.0017 | 0.12±0.01 | 0.12 | % | 0.76 |
| Ba* | 0.00034 | 251±19 | 238 | μg/g | 1.52 |
| B | 0.0030 | 31.8±3.4 | 28.5 | μg/g | 2.48 |
| Be | 0.00067 | 17.2±2 | 16.1 | μg/g | 1.93 |
| V | 0.0014 | 179±11 | 186 | μg/g | 2.06 |
| Pb | 0.0086 | 196±20 | 198 | μg/g | 2.99 |

■ 结论

采用硝酸 - 氢氟酸封闭高压消解罐法前处理正长岩标准样品，使用 ICPE-9000 测定了正长岩 GBW07109 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 ($r>0.9999$)，精密度高 ($RSD<3\%$)，测定结果准确，分析结果与标准值相吻合，一次进样，可同时测定正长岩中的微量元素。