

# ICP-AES 测定花岗岩中的微量元素

## ICP-080

**摘要：**采用高压消解罐法前处理花岗岩样品，ICP-AES 法测定了花岗岩 GBW07103 标准物质中的 12 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，可同时测定花岗岩中的微量元素。

**关键词：**地质 花岗岩 微量元素 ICP-AES

花岗岩是一种分布非常广的一种岩石。花岗岩质地坚硬致密、强度高、抗风化、耐腐蚀、耐磨损、吸水性低，色泽可以保存百年以上，是好的建筑材料。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 法研究测定了花岗岩 GBW07103 标准物质中的 12 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

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  $HNO_3$ 、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， $190^\circ C$  下保持 48h。冷却后，取出聚四氟

乙烯内罐，在电热板上于  $165^\circ C$  蒸发至干。然后再加入 1 mL  $HNO_3$  蒸发至干，此步骤再重复一次。最后，加入 5 mL 6 mol/L 的  $HCl$ ，再次封闭于钢套中， $150^\circ C$  保持 5h，冷却后定容至 25 mL，待测。

#### 1.4 仪器参数

对于含量较高的元素，或灵敏度较高的元素如 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，并可更有效去除基体干扰；对于微量的元素，如 Pb, P 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。

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

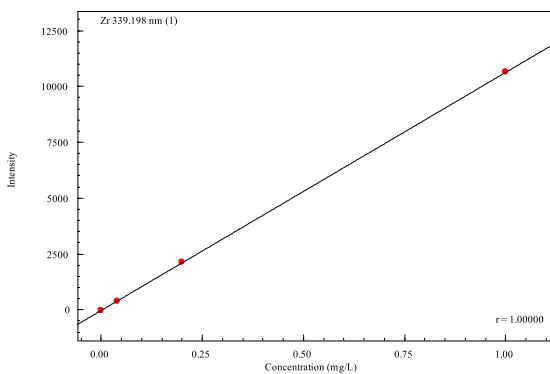
使用 10% 盐酸配制各元素的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

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)			
		STD1	STD2	STD3	STD4
MgO*	383.826	0	1	5	25
Mn*	257.610	0	0.2	1	5
Ba*	455.403	0	0.2	1	5
Sr*	407.771	0	0.04	0.2	1
P	213.618	0	0.2	1	5
B	249.678	0	0.04	0.2	1
Be	313.107	0	0.04	0.2	1
Pb	220.353	0	0.04	0.2	1
V	292.402	0	0.04	0.2	1
Sn	189.989	0	0.04	0.2	-
Zr	339.198	0	0.04	0.2	1
Nb	309.418	0	0.04	0.2	1

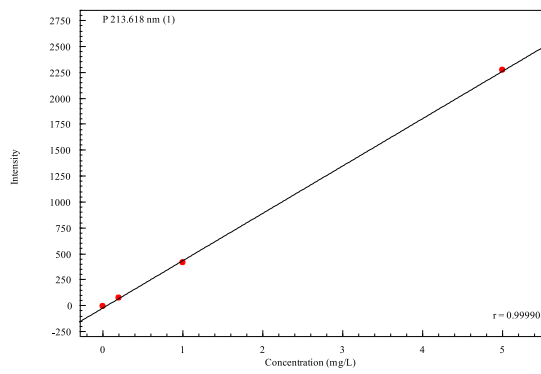
注：\* 纵向观测

## 2.2 部分元素的标准曲线



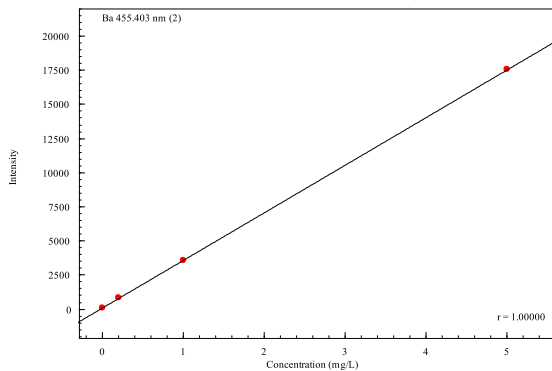
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数: a = 0.00000000 c = 9.376535e-005 权重: 无  
 b = 0.00000000 d = 0.0013202 零截距: 无  
 检出限(3σ) = 6.928917e-004 定量下限(10σ) = 0.0023096

图 1 Zr 元素标准曲线图



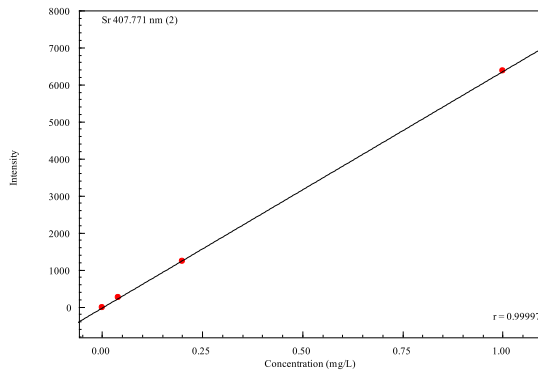
计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数: a = 0.00000000 c = 0.0021893 权重: 无  
 b = 0.00000000 d = 0.0373862 零截距: 无  
 检出限(3σ) = 0.0177097 定量下限(10σ) = 0.0590323

图 2 P 元素标准曲线图



计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数: a = 0.00000000 c = 2.868371e-004 权重: 无  
 b = 0.00000000 d = -0.0362356 零截距: 无  
 检出限(3σ) = 0.0020944 定量下限(10σ) = 0.0069815

图 3 Ba 元素标准曲线图



计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数: a = 0.00000000 c = 1.567716e-004 权重: 无  
 b = 0.00000000 d = 0.0016905 零截距: 无  
 检出限(3σ) = 9.963474e-005 定量下限(10σ) = 3.321158e-004

图 4 Sr 元素标准曲线图

### 2.3 部分元素谱峰轮廓图

Zr 339.198 Best  
条件1

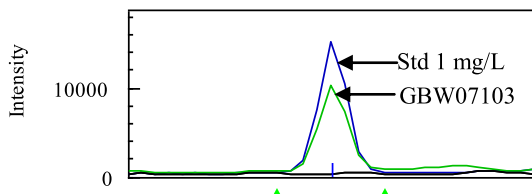


图 5 Zr 元素谱峰轮廓图

P 213.618 Best  
条件1

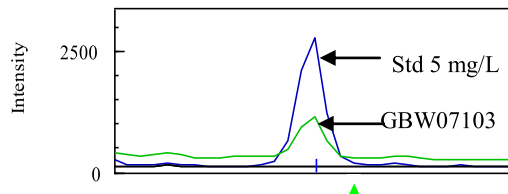


图 6 P 元素谱峰轮廓图

Ba 455.403 Best  
条件2

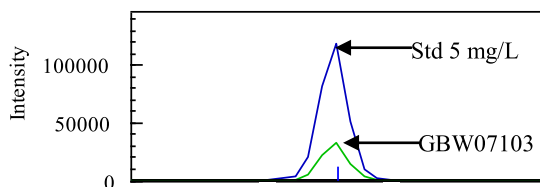


图 7 Ba 元素谱峰轮廓图

Sr 407.771 Best  
条件2

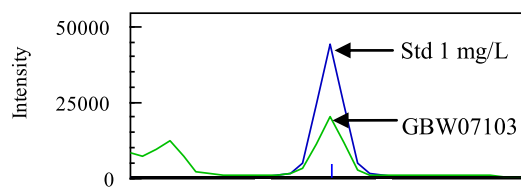


图 8 Sr 元素谱峰轮廓图

Be 313.107 Best  
条件1

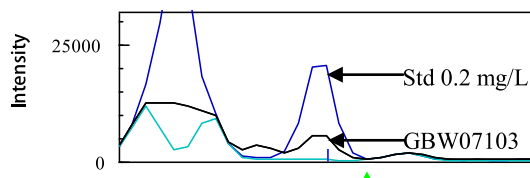


图 9 Be 元素谱峰轮廓图

B 249.678 Best  
条件1

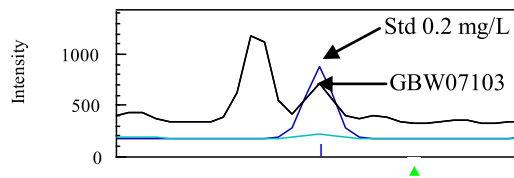


图 10 B 元素谱峰轮廓图

### 2.4 花岗岩样品分析结果及检出限

利用 ICP-9000 法直接测量花岗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 花岗岩 GBW07103 样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/L)	GBW07103 标准值	测定结果	单位	RSD (%)
MgO	0.00069	0.42±0.05	0.429	%	0.18
Mn	0.0017	463±27	448	μg/g	0.77
Ba	0.00034	343±45	340	μg/g	0.29
Sr	0.00010	106±9	111	μg/g	0.39
P	0.018	405±30	420	μg/g	1.05
B	0.0022	24±4	27	μg/g	0.92
Be	0.000086	12.4±2.1	12.8	μg/g	0.75
Pb	0.0088	31±4	33	μg/g	1.76
V	0.0012	24±3	24	μg/g	1.49
Sn	0.0093	12.5±2	13.5	μg/g	2.66
Zr	0.00069	167±14	162	μg/g	0.98
Nb	0.0027	40±4	42	μg/g	1.06

## ■ 结论

采用硝酸 – 氢氟酸封闭高压消解罐法前处理花岗岩标准样品，使用 ICPE-9000 测定了花岗岩 GBW07103 标准物质中的 12 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，可同时测定花岗岩中 12 种微量元素。