

ICP-AES 测定超基性岩中的微量元素

ICP-083

摘要：采用硝酸-氢氟酸高压消解罐法前处理超基性岩样品，ICP-AES 法测定了超基性岩 GBW07101 标准物质中的 6 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 $RSD<7\%$ ，测定结果准确，分析结果与标准值相吻合，一次进样，可同时测定超基性岩中的微量元素。

关键词：地质 超基性岩 微量元素 ICP-AES

超基性岩 (ultra-basicrock) 属超基性岩是火成岩的一个大类。超基性岩在地球上的分布有限，出露面积不超过火成岩总面积的 0.5%，而且主要是深成岩。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 法研究测定了超基性岩 GBW07101 标准物质中的 6 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 48 h。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 5 h，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 Al, Ni 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 Co, Ti 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。选择灵敏度高且无共存元素干扰的谱线作为分析线，本方法所使用的分析谱线与标准曲线各点浓度如表 2 所示。

表 2 各元素标准曲线浓度及分析波长

元素	波长 (nm)	标准曲线浓度 (mg/L)			
		STD1	STD2	STD3	STD4
Al*	396.153	0	-	5	25
Ni*	341.476	0	1	5	25
Co	228.616	0	0.04	0.2	1
Ti	334.941	0	0.04	0.2	1
P	177.499	0	0.04	0.2	1
Zn	206.200	0	0.04	0.2	1

注：* 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线

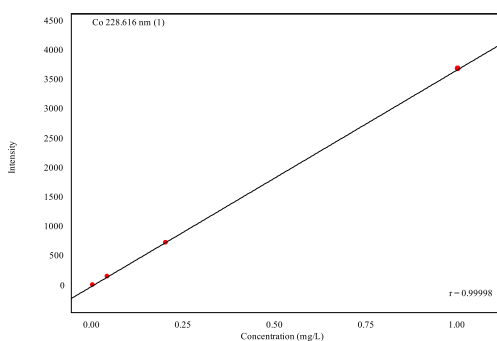


图 1 钴元素标准曲线图

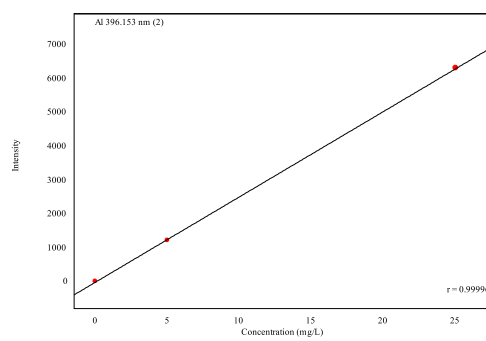


图 2 铝元素标准曲线图

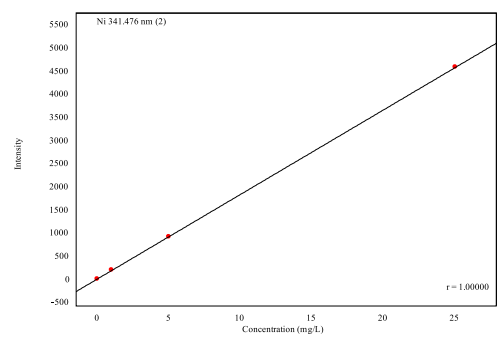


图 3 镍元素标准曲线图

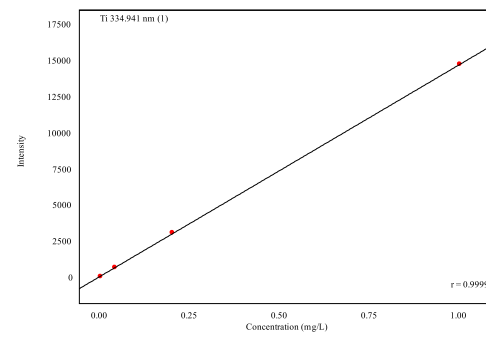


图 4 钛元素标准曲线图

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Al 396.153 Best

条件2

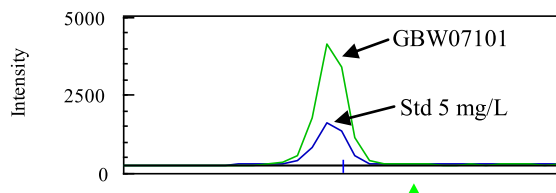


图 5 铝元素谱峰轮廓图

Co 228.616 Best

条件1

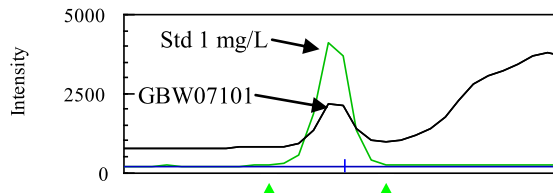


图 6 钴元素谱峰轮廓图

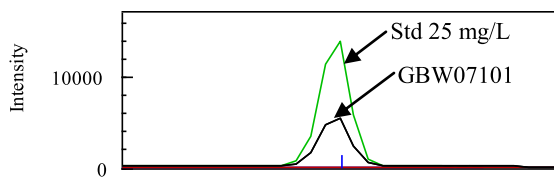
Ni 231.604 Best
 条件2


图 7 镍元素谱峰轮廓图

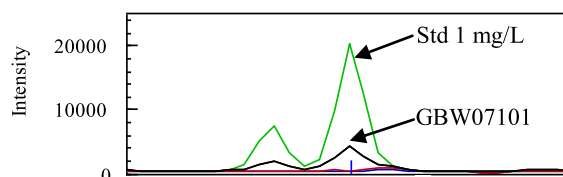
 Ti 334.941 Best
 条件1


图 8 钛元素谱峰轮廓图

2.4 超基性岩样品分析及检出限

利用 ICPE-9000 法直接测量超基性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 超基性岩 GBW07101 样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/L)	GBW07101 标准值	测定结果	单位	RSD (%)
Al	0.012	0.355±0.011	0.350	%	0.59
Ni	0.040	0.251±0.008	0.250	%	0.77
Co	0.00091	0.009±0.001	0.0087	%	1.91
Ti	0.0020	0.00481±0.0006	0.0047	%	0.83
P	0.026	0.031±0.008	0.0024	%	6.27
Zn	0.00097	45.4±7.3	39.4	µg/g	2.13

结论

采用硝酸-氢氟酸封闭高压消解罐法前处理超基性岩标准样品，使用 ICPE-9000 测定了超基性岩 GBW07101 标准物质中的 6 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 $RSD < 7\%$ ，测定结果准确，分析结果与标准值相吻合，一次进样，可同时测定超基性岩中的微量元素。