

ICP-AES 法测定石英砂岩中的常微量元素

ICP-100

摘要: 采用混合酸（硝酸 - 盐酸 - 氢氟酸 - 高氯酸）敞开消解方法前处理石英砂岩样品，ICP-AES 法测定了石英砂岩 GBW07106（GSR-4）标准物质中的 10 种常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， $r > 0.9995$ ，可同时测定石英砂岩石中的多种金属元素，该方法检出限低，精密度高， $RSD < 2.0\%$ ，分析结果与标准值相吻合。

关键词: 地质 石英砂岩 常微量元素 ICP-AES 四酸消解

石英砂岩是一种由硅质胶结物胶结石英砂粒而形成的固结的砂质岩石，主要成分是 SiO_2 。根据颗粒大小分为粗粒砂岩、中粒砂岩与细粒砂岩；按胶结物不同分为钙质砂岩、硅质砂岩、长石质砂岩等。石英砂岩在玻璃工业、水泥工业中有广泛的应用，也可作为冶金工业中的原料、添加剂或熔剂等，部分石英砂岩甚至可以制成

精美的工艺品。准确、快速地测定石英砂岩矿石中的微量元素含量，对地质勘探和采矿利用都起着至关重要的科研和经济作用。本文使用 ICP-AES 法研究测定了石英砂岩 GBW07106 标准物质中的多种常微量元素含量。

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

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液（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 、 $HClO_4$ 和 HCl 试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

准确称取 0.5000 g 样品，精确至 0.0002 g，于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中，滴加几滴水润湿，加入 5 mL 硝酸，10 mL 氢氟酸和 2 mL 高氯酸。轻摇后将聚四氟乙烯烧杯置于低温电热板上蒸发至高氯酸冒烟约 3

min，取下冷却；再依次加入 5 mL 硝酸，10 mL 氢氟酸和 2 mL 高氯酸，于低温电热板上加热至高氯酸烟冒尽。趁热加入 6 mL 盐酸和 2 mL 硝酸，在电热板上加热至溶液体积剩约 2~3 mL，用少量去离子水冲洗烧杯壁，微热约 10 min 至溶液清亮，取下冷却，将溶液转移至 25 mL 容量瓶，用去离子水稀释至刻度，摇匀，澄清。同时将溶液分别稀释 10 倍和 100 倍，以测定部分常量元素。

1.4 仪器参数

对于主含量元素的检测，适合采用轴向和纵向观测方式，可获得较大线性范围，实现高低元素含量同时分析。本试验的仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	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 标准曲线溶液配制

使用 2% 王水溶液配制 Ba、Co、Cr、Ni、Mn、Sr、Ti、V、Fe 和 Mg 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	观测方向	波长 (nm)	标准曲线浓度(mg/L)						
			Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ba	纵向	455.403	0.00	0.04	0.20	1.00	2.00	5.00	--
Co	轴向	228.616	0.00	--	0.20	1.00	2.00	5.00	--
Cr	轴向	267.716	0.00	0.04	0.20	1.00	2.00	5.00	--
Ni	轴向	231.604	0.00	0.04	0.20	1.00	2.00	5.00	--
Mn	纵向	260.569	0.00	0.04	0.20	1.00	2.00	5.00	--
Sr	纵向	407.771	0.00	--	0.20	1.00	2.00	5.00	--
Ti	轴向	337.280	0.00	--	0.20	1.00	2.00	5.00	10.0
V	轴向	290.882	0.00	0.04	0.20	1.00	2.00	5.00	--
Fe	轴向	259.940	0.00	--	0.20	1.00	2.00	5.00	10.0
MgO	纵向	279.553	0.00	0.04	0.20	1.00	2.00	--	--

2.2 各元素标准曲线如下:

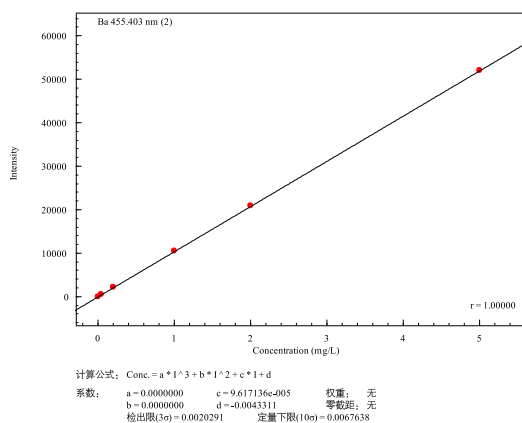


图 1 Ba 元素的标准曲线

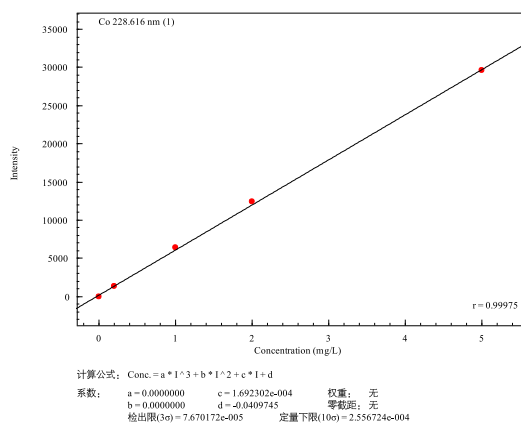


图 2 Co 元素的标准曲线

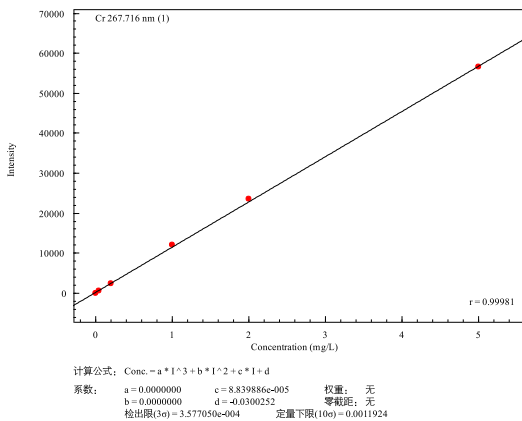


图 3 Cr 元素的标准曲线

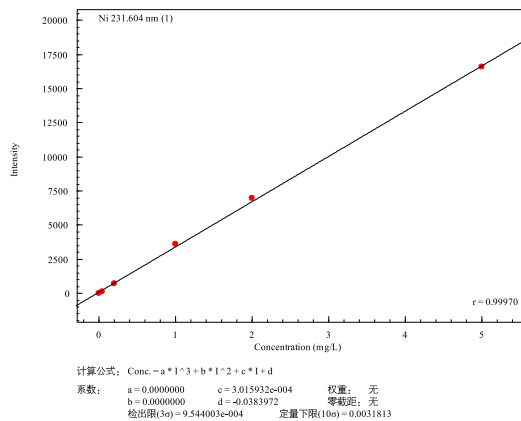


图 4 Ni 元素的标准曲线

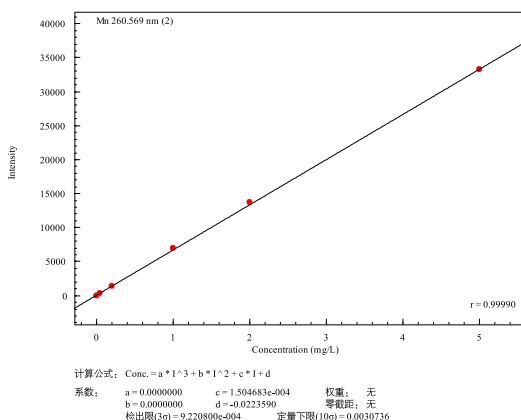


图 5 Mn 元素的标准曲线

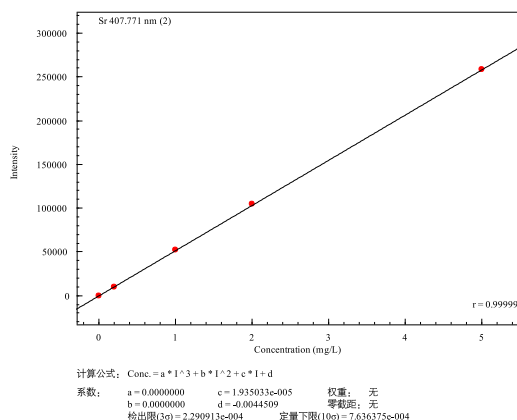


图 6 Sr 元素的标准曲线

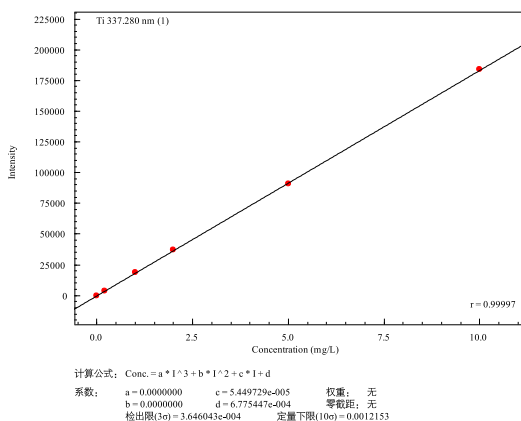


图 7 Ti 元素的标准曲线

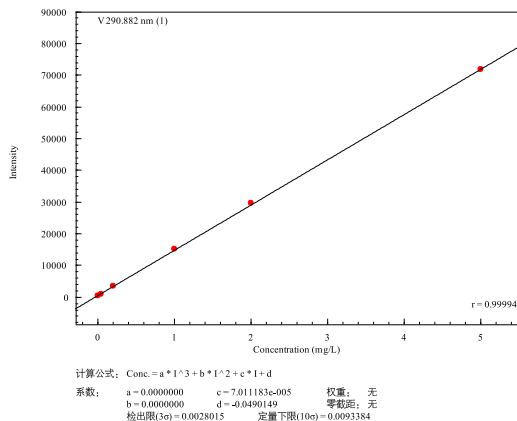


图 8 V 元素的标准曲线

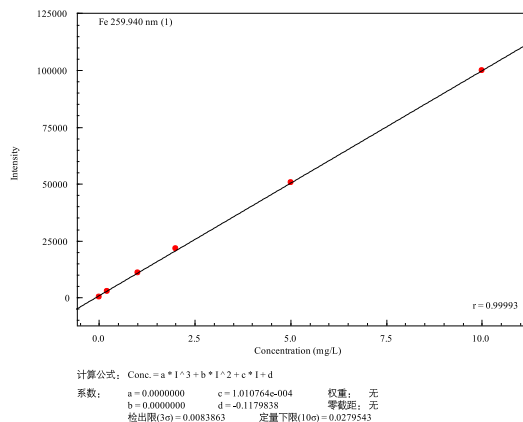


图 9 Fe 元素的标准曲线

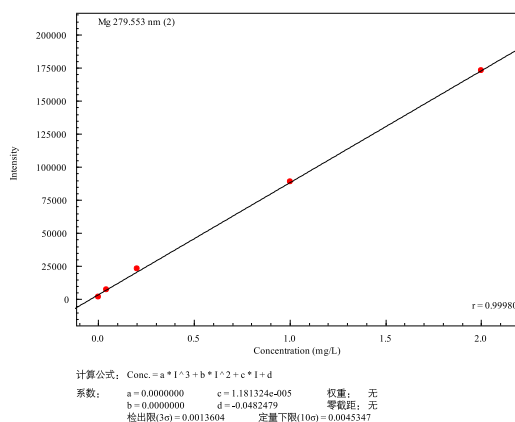


图 10 Mg 元素的标准曲线

2.3 各元素谱线轮廓

多元素同时分析时，因为发出的谱线数量非常多，所以谱线可能存在重叠（称为光谱干扰）。当样品中含多种组分并存在光谱干扰时，岛津 ICPESolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能，可根据各元素波长灵敏度 and 信噪比以及谱线间相互干扰情况，自动选择最佳波长。

Ba 455.403 Best
条件2

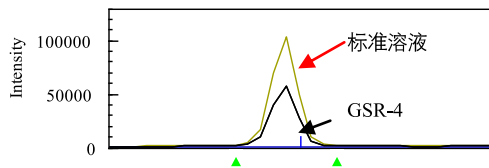


图 11 Ba 元素谱峰轮廓图

Co 228.616 Best
条件1

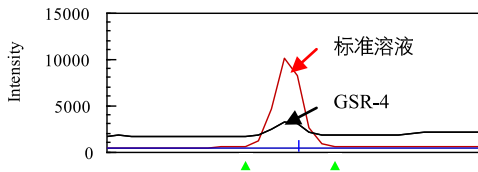


图 12 Co 元素谱峰轮廓图

Cr 267.716 Best
条件1

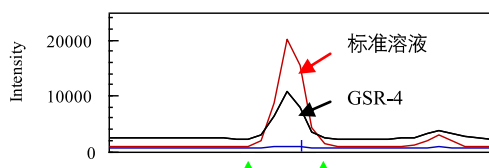


图 13 Cr 元素谱峰轮廓图

Ni 231.604 Best
条件1

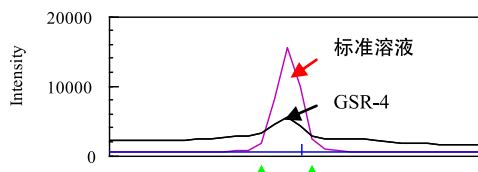


图 14 Ni 元素谱峰轮廓图

Mn 260.569 Best
条件2

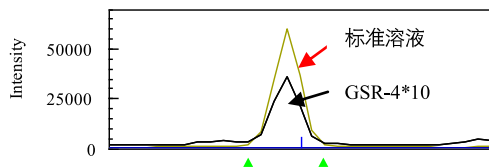


图 15 Mn 元素谱峰轮廓图

Sr 407.771 Best
条件2

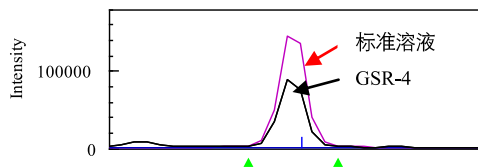


图 16 Sr 元素谱峰轮廓图

Ti 337.280 Best
条件1

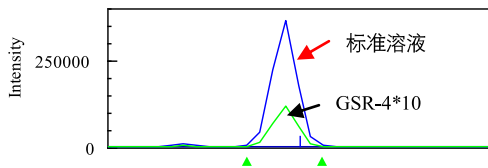


图 17 Ti 元素谱峰轮廓图

V 290.882 Best
条件1

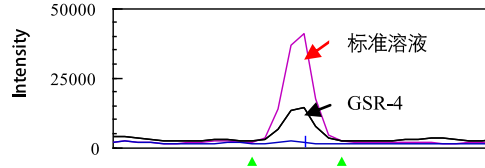


图 18 V 元素谱峰轮廓图

Fe 259.940 Best
条件1

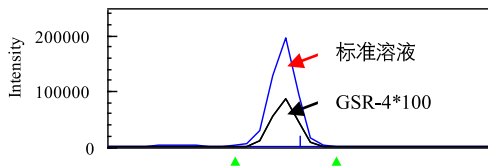


图 19 Fe 元素谱峰轮廓图

Mg 279.553 Best
条件2

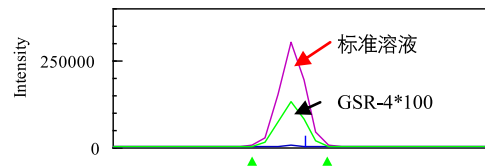


图 20 Mg 元素谱峰轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量石英砂岩矿石中多金属元素的含量。对样品空白的分析元素进行 10 次测定，软件中设置 [显示定量下限]，标准曲线自动计算各元素的检出限 (3σ)。实验结果见表 3。

表 3 石英砂岩 GBW07106 样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/L)	GBW07114 标准值	测定结果	单位	RSD (%)
Ba	0.007	143±14	139	μg/g	0.47
Co	0.0003	6.4±0.6	6.8	μg/g	0.63
Cr	0.001	20±3	20.6	μg/g	1.48
Ni	0.003	16.6±1.1	16.6	μg/g	0.60
Mn	0.003	155±7	148	μg/g	0.50
Sr	0.0007	58±5	57.2	μg/g	0.56
Ti	0.001	1580±80	1640	μg/g	0.32
V	0.009	33±3	30.1	μg/g	0.98
TFe ₂ O ₃	0.03	3.22±0.07	3.20	%	1.39
MgO	0.005	0.082±0.020	0.102	%	0.30

结论

采用混合酸（硝酸 - 盐酸 - 氢氟酸 - 高氯酸）敞开消解方法前处理石英砂岩矿石样品，ICP-AES 法测定了石英砂岩 GBW07106 标准物质中的多种常微量元素的含量。该方法检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合，适用于地质样品石英砂岩石中的多种常微量元素的定量分析。