

地质矿产元素分析 解决方案



目 录

序 言	1
岛津 ICPE-9000 在地质矿产元素分析中的优势性能聚焦	2
地质矿产测试标准及分析方法介绍	4
地质矿产元素分析解决方案数据	6
ICP-AES 测定锌精矿中的多种金属元素	6
ICP-AES 测定玄武岩中的微量元素	10
ICP-AES 法测定硫化物矿石中的 14 种常微量元素	13
ICP-AES 测定页岩矿石中的多种微量元素	17
ICP-AES 测定正长岩岩中的微量元素	21
ICP-AES 测定花岗岩中的微量元素	25
ICP-AES 测定超基性岩岩中的微量元素	29
ICP-AES 测定海洋沉积物锰结壳中的常量、微量元素	33
ICP-AES 法测定海洋沉积物中的常微量元素	40
岩矿土壤沉积物中微量元素的分析	44



序 言

人类对岩石和矿物的研究和利用可以追溯到几千年前：例如两千多年前中国的铜矿开采规模已经达到了非常可观的地步；中国古老的《山海经》、《禹贡》、《管子》等书籍以及古希腊的《石头论》中均包含了古代人类对于岩石矿物知识的总结。

“地质、勘探、实验三足鼎立，三分天下有其一。”60年来，我国地质测试工作为地质科学研究、矿产资源及地质环境评价奠定了重要基础，成为国土资源调查、普查勘探、找矿、矿产储量计算和矿产综合利用不可缺少的重要依据。

地质实验分析测试工作是地质科学研究和地质调查工作的重要技术手段之一，其产生的数据是地质科学研究、矿产资源及地质环境评价的重要基础，是发展地质勘查事业和地质科学研究的重要技术支撑。现代地球科学研究领域的不断拓宽对地质实验测试工作的需求日益增强，迫切要求地质实验测试技术不断创新和发展，以适应现代地球科学研究日益增长的需求。

当今地质实验室需要配备的主要分析仪器有原子荧光光度计、原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体发射光谱、电感耦合等离子体质谱仪、离子色谱分析仪、气相色谱分析仪、液相色谱分析仪、色谱-质谱连用仪、X射线荧光光谱仪等可以对地质进行分析测试。

开发海洋资源，保护海洋环境和维护国家的海洋权益是当今世界潮流。确定元素在海洋不同介质中元素的丰度及赋存形态，为研究元素的共生组合，阐明元素的富集途径，揭示元素的演化历史和循环规律提供保障，广泛应用于地质矿产勘探、海洋环境质量评价、物源示踪及古环境演化研究中。

作为全球知名的分析仪器和分析方法提供商，岛津自进入中国市场以来，一直关注国内各行业的发展，并积极提供及时全面的解决方案。针对地质矿产元素的分析检测，岛津分析中心参照相关检测标准，积极开发分析方法，并汇编成这本《地质矿产元素分析解决方案》，希望能对地质矿产行业的发展有所帮助。

岛津企业管理（中国）有限公司

岛津 ICPE-9000 在地质矿产元素分析中的优势性能聚焦

(1) 双向观测，高低含量同时分析

地质矿产样品所需分析元素种类多且含量大小不一，这就给测试带来挑战，如何快速可靠的一次测定获得所需元素的测定结果是我们分析工作者所追求的。

岛津 ICPE-9000 具备轴向观测和径向观测两种观测方式，完美的演绎了高低含量同时测定。轴向观测具有高灵敏度的特征，适合低含量元素的检测。径向观测适合高浓度元素的检测且基体干扰少。图 1 是轴向径向观测示意图，在实际测试过程中通过软件自动控制采用轴向或径向测试。

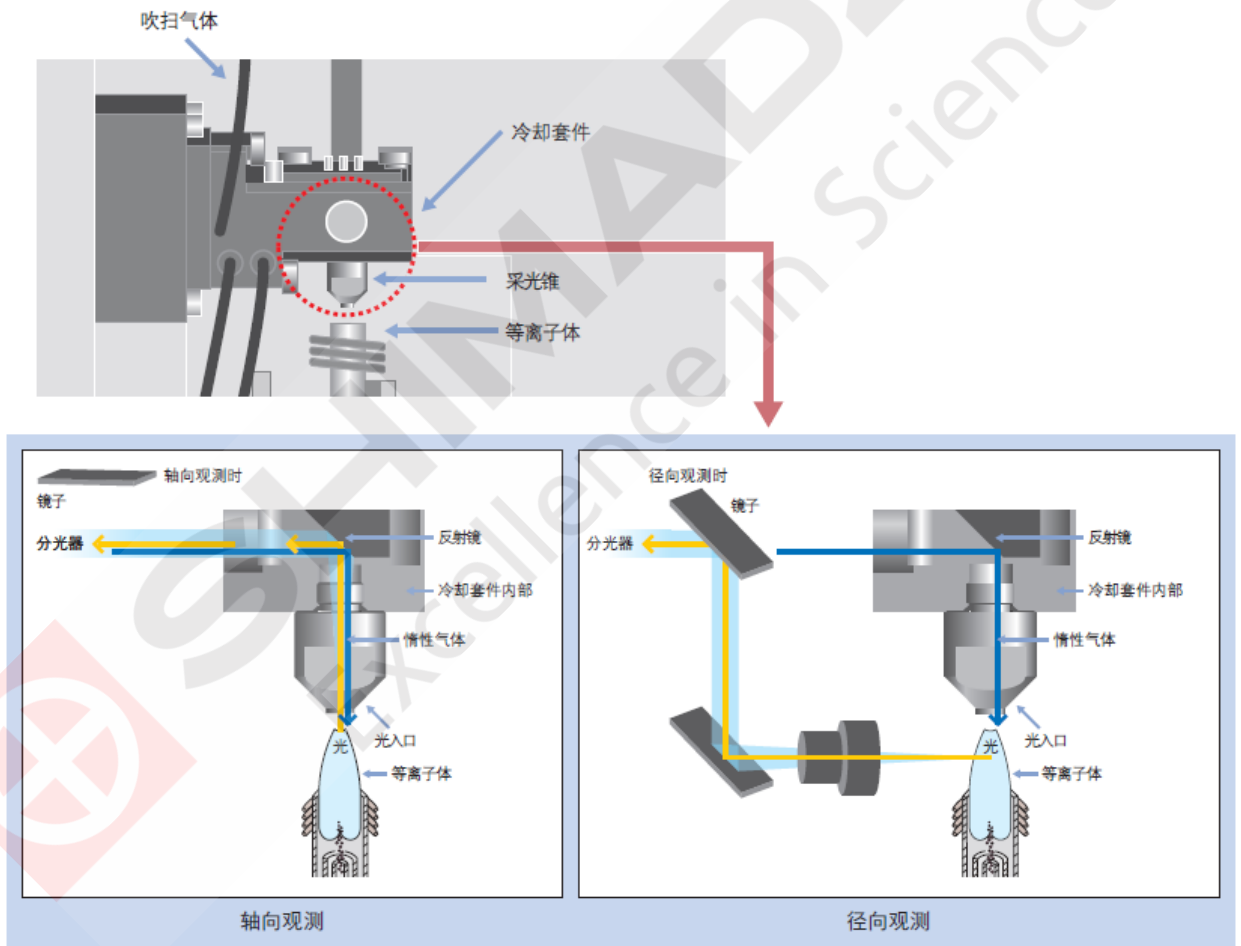


图 1 轴向径向观测示意图

(2) 炬管垂直放置，无污染

等离子体炬管垂直放置，很大程度上消除了元素记忆效应和炬管堵塞现象，实现了稳定的分析，图 2 是 ICPE-9000 炬管放置图。高低含量元素同时检测时存在的问题是被分析元素的残留，采用垂直放置炬管，残留可降至最小限度，短时

间的冲洗即可得到稳定的结果。

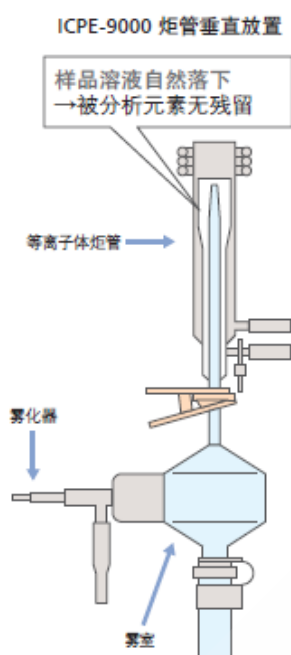


图 2 ICPE-9000 炬管放置图

(3) 低运行成本

采用 Mini 炬管, Mini 炬管相比于标准炬管氩气消耗减少一半。图 3 Mini 炬管与标准炬管氩气消耗量, 直观的体现了 Mini 炬管气体的低耗, 同时用于 ICPE-9000 的氩气纯度仅需 99.95% 以上, 可使用市场销售的工业用氩气, 从而可将运行成本控制很低。

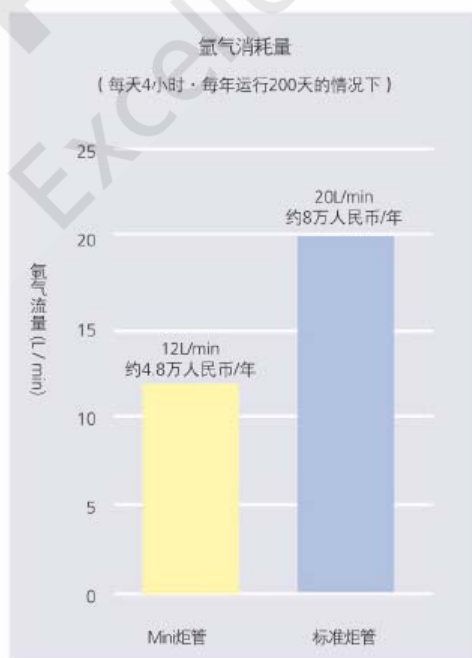


图 3 Mini 炬管与标准炬管氩气消耗量

地质矿产测试标准及分析方法介绍

目前地质矿产测试标准使用较多的是 GB（中国国家标准）、JIS（日本工业标准）和 ISO（国际标准化组织）。

60 年来，我国地质地矿分析与测试工作由最初的单一化学分析发展到具有各种先进仪器的现代化地质测试分析，从以铁矿、铝土矿等少数矿种的简项分析为主发展到能分析天上陨石和地下、陆地和海洋中各种自然矿物原料中全部主、次、痕量及超痕量元素，从单纯元素分析向同位素分析，从单元素化学分析向以大型分析仪器为主的多元素同时分析。

通过地质大调查研究，我国建立了一批创新性的地质实验测试新技术、新方法，并与国际同步发展。在无机测试分析技术方面，针对我国地质大调查的需求，建立了以 X 射线荧光光谱仪、等离子体原子发射光谱仪、等离子体质谱仪等大型现代分析仪器为主，辅之以其他经典分析技术的多元素的分析系统方案。重点解决了化探分析要求的 76 个元素中的一些难分析元素的快速定量分析难题，其中部分方法填补了国内同类标准空白，极大地提高了整体分析技术水平。

地质实验测试标准化工作也在与时俱进的改进中。鉴于目前情况部分地质矿石样品已经出现单个元素测定标准方法和多元素同时测定的标准方法并存。单个金属元素的测定标准多为分光光度法和原子吸收光谱法。多元素同时测定标准方法多为电感耦合等离子体发射光谱法和 X 射线荧光光谱法。表 1 统计了目前为止电感耦合等离子体发射光谱法和 X 射线荧光光谱法在地质矿产标准中的应用。

表 1 部分地质矿产国家标准

标准号	标准名称
GB/T 24193-2009	铬矿石和铬精矿 铝、铁、镁和硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 24197-2009	锰矿石 铁、硅、铝、钙、钡、镁、钾、铜、镍、锌、磷、钴、铬、钒、砷、铅和钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 24231-2009	铬矿石 镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁和镍含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法
GB/T 24519-2009	锰矿石 镁、铝、硅、磷、硫、钾、钙、钛、锰、铁、镍、铜、锌、钡和铅含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法
GB/T 6730.62-2005	铁矿石 钙、硅、镁、钛、磷、锰、铝和钡含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法
GB/T 6730.63-2006	铁矿石 铝、钙、镁、锰、磷、硅和钛含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法
GB/T 17417.1-2010	稀土矿石化学分析方法 第 1 部分：稀土分量测定
GB/T 17417.2-2010	稀土矿石化学分析方法 第 2 部分：钍量测定

GB/T 20260-2006 海底沉积物化学分析方法中提供了（1）主量、次量成分分析-电感耦合等离子体发射光谱法（2）稀土分量和钍量的测定-阳离子交换树脂分离富集电感耦合等离

子体发射光谱法（3）微量、痕量成分分析-电感耦合等离子体质谱法。

日本工业标准（JIS）提供了部分矿石产品的元素分析方法，基本上为单元素测定方法。ISO 国际标准化组织对于地质矿产样品的测试方法起步较早，对于早期中国地质矿产测试方法的建立起到借鉴作用。

ISO 地质矿产测试方法中，单个金属元素的测定标准多为分光光度法和原子吸收光谱法，多元素同时测定标准方法多为电感耦合等离子体发射光谱法和 X 射线荧光光谱法。例如：ISO 11535-2006，铁矿石各种元素的测定-电感耦合等离子体原子发射光谱法。



SHIMADZU
Excellence in Science

地质矿产元素分析解决方案数据

ICP-AES 测定锌精矿中的多种金属元素

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锌精矿样品, ICP-AES 法测定了锌精矿 GBW07168 标准物质中的多种金属元素的含量。实验结果表明, 该方法线性相关系数良好, 可同时测定锌精矿中的多种金属元素, 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 锌精矿 金属元素 元素间校正

锌精矿是生产金属锌、锌化合物等的主要原料。金属锌主要是生产铜合金、铝合金、镁合金、铅锌合金及锌化合物用于钢铁、冶金、机械、电气、化工、轻工、军事和医药等领域。近年来, 入厂原料锌精矿的来源多样化, 如何准确、快速地测定锌精矿中杂质元素的含量, 对锌产品各工序工艺参数的控制, 及整个生产工艺过程的质量指标和技术经济指标都起着至关重要的作用。本文使用 ICP-AES 法研究测定了锌精矿 GBW07168 标准物质中的多种金属元素的含量。

1 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 HNO₃、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

称取 0.1000 g 样品, 在 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中用少量水润湿, 加入 3 mL 盐酸和 2 mL 硝酸, 加盖置于电热板上, 于 110℃ 分解 2 h, 取下后加入 3 mL 氢氟酸和 1 mL 高氯酸。加盖在电热板上, 断电余热保温, 过夜。将电热板升温至 130℃, 继续分解样品 2 h。揭盖升温至 150℃ 赶酸至冒高氯酸烟, 样品呈湿盐状时加入 5% 王水 1 mL, 继续赶酸。反复 3 次。待高氯酸烟冒尽, 取下, 在坩埚中加入浓盐酸 5.0 mL, 在电热板上复溶 15 min, 补充浓硝酸 1.5 mL, 用水稀释至 20 mL 体积左右。断电, 在电热板上冷却至室温, 定容到 25 mL 体积。分别稀释 5 倍和 100 倍后, 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

2 结果与讨论

2.1 标准曲线配制

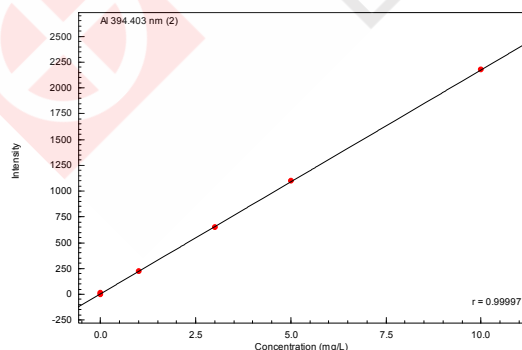
使用 2%王水溶液配制 Al、As、Ca、Cd、Cu、Fe、Ga、Hg、Mg、Mn、Pb、Sb 和 Zn 的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

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	STD5
Al*	394.403	0	1.0	3.0	5.0	10.0	--
As	193.759	0	0.5	1.0	3.0	10.0	--
Ca*	317.933	0	--	5.0	10.0	20.0	40.0
Cd*	226.502	0	1.0	3.0	5.0	10.0	--
Cu*	324.754	0	1.0	3.0	5.0	10.0	--
Fe	238.204	0	1.0	3.0	5.0	10.0	--
Ga	294.364	0	0.1	1.0	3.0	5.0	--
Hg	184.950	0	0.5	1.0	3.0	10.0	--
Mg*	279.553	0	0.5	1.0	2.0	3.0	--
Mn*	257.610	0	0.1	1.0	3.0	5.0	--
Pb	220.353	0	--	5.0	10.0	20.0	30.0
Sb	217.581	0	--	1.0	3.0	5.0	--
Zn*	334.502	0	--	10.0	20.0	30.0	50.0

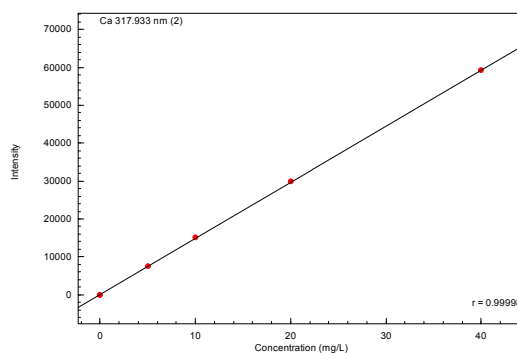
注：* 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线



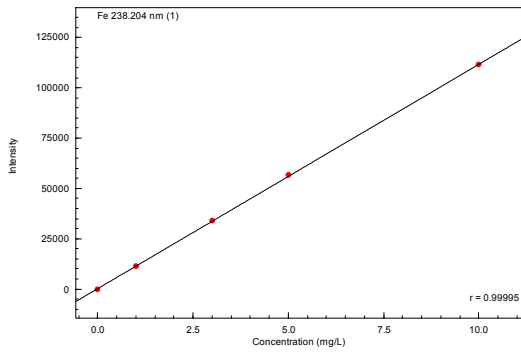
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0046076 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0382060 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0198720 定量下限(10σ) = 0.0662399

图 1 Al 标准曲线



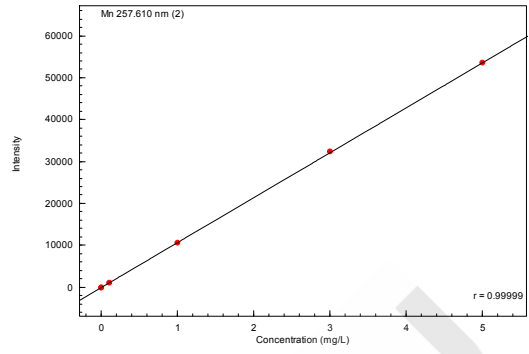
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 6.754780e-004 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0980051 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0027374 定量下限(10σ) = 0.0091248

图 2 Ca 标准曲线



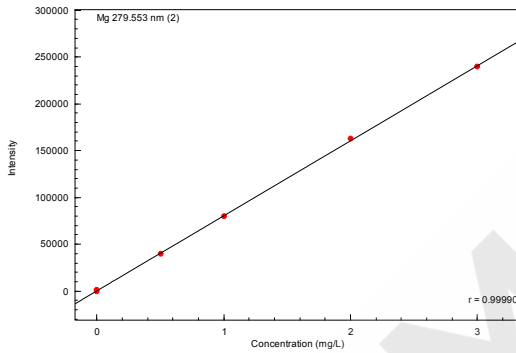
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 8.973350e-005 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0361653 零截距: 无
 检出限(3σ) = 6.666646e-004 定量下限(10σ) = 0.0022222

图 3 Fe 标准曲线



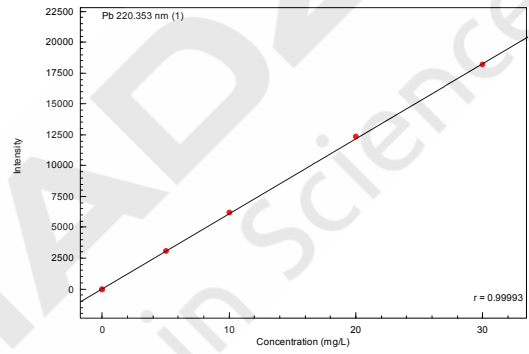
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 9.324458e-005 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0015711 零截距: 无
 检出限(3σ) = 4.659431e-004 定量下限(10σ) = 0.0015531

图 4 Mn 标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 1.247949e-005 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0085399 零截距: 无
 检出限(3σ) = 3.359735e-004 定量下限(10σ) = 0.0011199

图 5 Mg 标准曲线



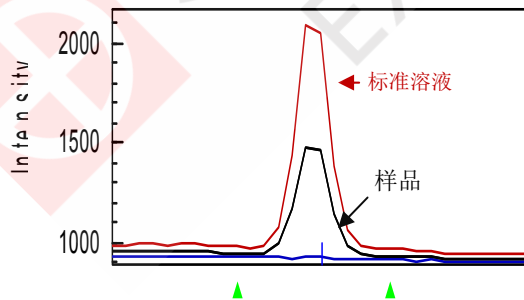
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0016430 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0540856 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0059612 定量下限(10σ) = 0.0198705

图 6 Pb 标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

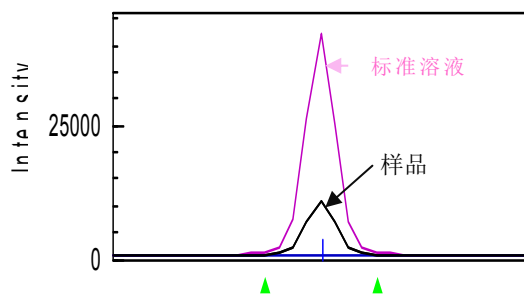
Al 394.403 Best

条件2



Ca 317.933 Best

条件2



Pb 220.353 Best

条件1

Mg 279.553 Best

条件2

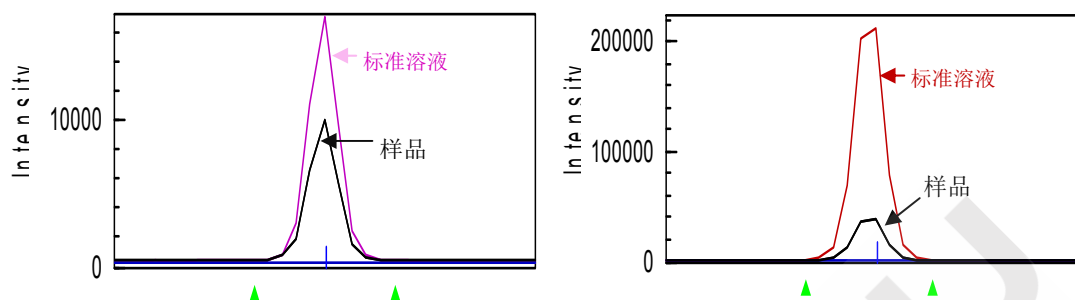


图7 部分元素的谱峰轮廓图

2.3 锌精矿样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量锌精矿标准品中的各元素，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 锌精矿 GBW07168 样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/L)	GBW07168 标准值	测定结果	单位	RSD (%)
Al ₂ O ₃	0.004	0.57±0.08	0.56	%	0.13
As	0.01	0.064±0.006	0.061	%	0.28
CaO	0.003	(0.96)*	0.87	%	0.06
Cd	0.0008	0.129±0.05	0.130	%	0.14
Cu	0.002	0.138±0.008	0.140	%	0.21
Fe	0.0007	6.39±0.14	6.26	%	0.65
Ga	0.003	0.018±0.0031	0.0202	%	0.59
Hg	0.002	0.056±0.008	0.057	%	1.82
MgO	0.0003	0.085±0.014	0.074	%	0.45
Mn	0.0005	0.025±0.003	0.0267	%	0.23
Pb	0.006	1.44±0.03	1.43	%	0.56
Sb	0.007	0.0132±0.0013	0.0142	%	1.30
Zn	0.03	52.7±0.30	53.30	%	0.23

3 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锌精矿标准样品, ICP-AES 法测定了锌精矿 GBW07168 标准物质中的多种金属元素的含量。该方法检出限低, 精密度高, 分析结果与标准值相吻合, 适用于地质样品锌精矿中多种金属元素的定量分析。

ICP-AES 测定玄武岩中的微量元素

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。

1 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 HNO₃、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 HNO₃、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 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 1 mL HNO₃ 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 5h, 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

2 结果与讨论

2.1 标准曲线配制

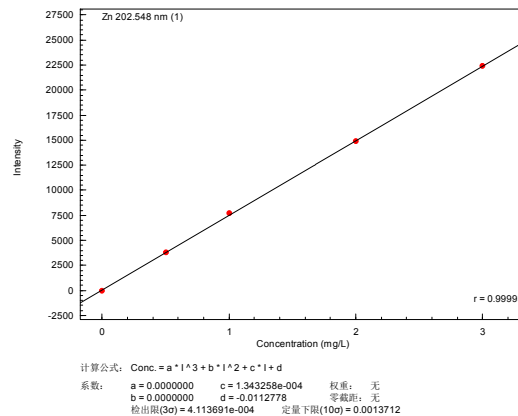
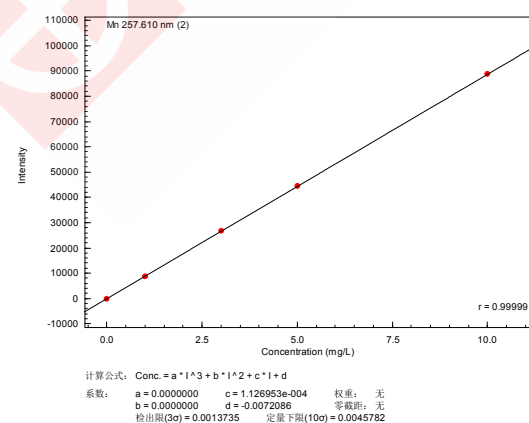
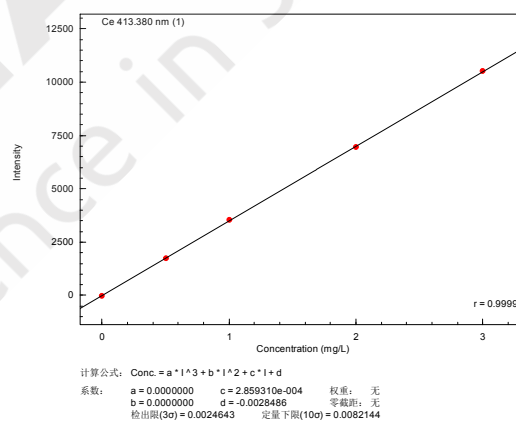
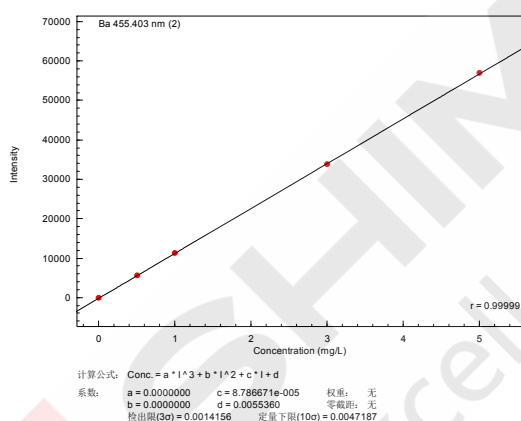
使用 8% 盐酸配制 Ba, Ce, Cr, Mn, Ni, Sr, V, 和 Zn 的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 如表 2。

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
Zn	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



2.3 部分元素谱峰轮廓图

Ba 455.403 Best

条件2

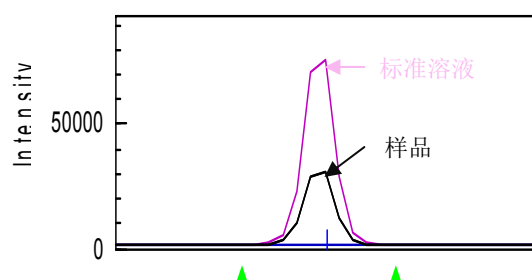


图 5 Ba 元素谱峰轮廓图

Ce 413.380 Best

条件1

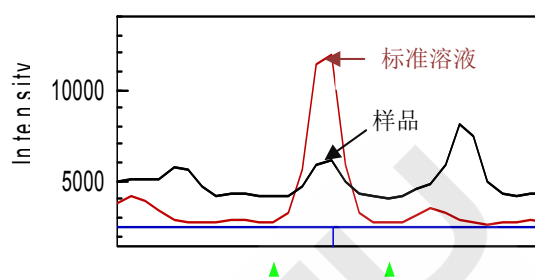


图 6 Ce 元素谱峰轮廓图

Cr 267.716 Best

条件1

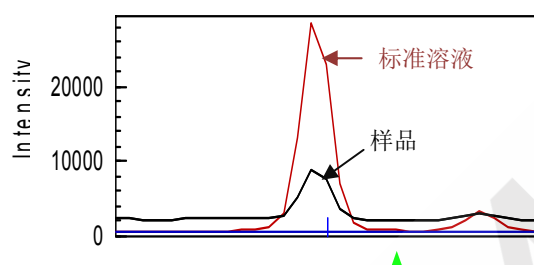


图 7 Cr 元素谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best

条件2

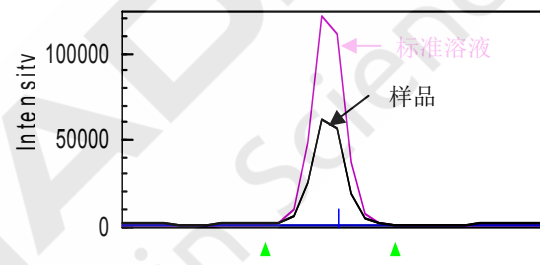


图 8 Mn 元素谱峰轮廓图

2.4 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

3 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。

ICP-AES 法测定硫化物矿石中的 14 种常微量元素

摘要: 本实验采用高压消解罐法前处理硫化物矿石样品, ICP-AES法测定了多金属矿石 GBW07163标准物质中的14种常微量元素的含量。实验结果表明, 该方法线性相关系数良好, 可同时测定多金属矿石中的常微量元素, 该方法精密度高, 分析结果与标准值相吻合。

关键词: 地矿 多金属矿石 常微量元素

多金属矿石对地质环境和成矿条件有标识作用, 是矿物学领域的重要研究对象。地质研究中对矿产评价、选矿、矿产品检验不仅要求分析硫化物矿石中的主量元素和成矿元素, 而且要求准确测定多种微量元素。它们的分布、分配和含量变化常常反映出一般难以观察到的潜在规律, 可以为成矿预测和普查勘探研究提供相关信息。ICP-AES 是地质样品中多元素, 尤其是主、次元素同时分析的重要技术, 因此广泛应用于硫化物矿石的分析。本文采用高压消解罐法消解硫化物矿石, 用岛津公司全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9000 (CCD 检测器) 测定了多金属矿石 GBW07163 标准物质中的 14 种常微量元素的含量。

1 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 HNO₃、HF 和 HCl 试剂电子纯试剂, 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 HNO₃、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 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 1 mL HNO₃ 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 5h, 冷却后定容至 25 mL, 待测。样品稀释 4 倍后测定。

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

2 结果与讨论

2.1 标准曲线配制

使用 5% 盐酸配制混合标准溶液，如表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	分析波长 (nm)	观测方式	标准曲线浓度							单位
			Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	
S	180.731	纵向	0	-	0.0001	0.0010	0.005	-	0.010	%
K	766.490	纵向	0	-	0.00005	0.0005	0.0025	-	0.005	%
Al	309.271	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	0.0098	-	%
Fe	239.562	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	0.0098	-	%
Zn	202.548	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	0.0098	-	%
Ca	422.673	纵向	0	-	0.00005	0.0005	0.0025	-	-	%
As	189.042	轴向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	-	-	%
Cu	224.700	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	-	-	%
Pb	220.353	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	-	-	%
Mg	383.826	纵向	0	-	0.0001	0.0005	0.0025	-	-	%
Na	589.592	轴向	0	0.00005	0.00025	0.0005	0.0010	-	-	%
Mn	260.569	纵向	0	0.00001	0.0001	0.0005	-	-	-	%
Ag	328.068	轴向	0	0.10	0.50	1.0	-	-	-	mg/L
Cd	214.438	轴向	0	0.10	1.0	-	-	-	-	mg/L

2.2 部分元素的标准曲线

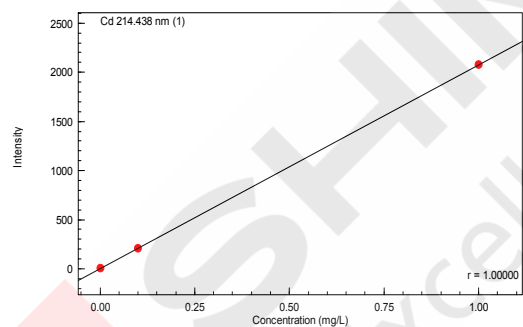


图 1 Cd 的标准曲线

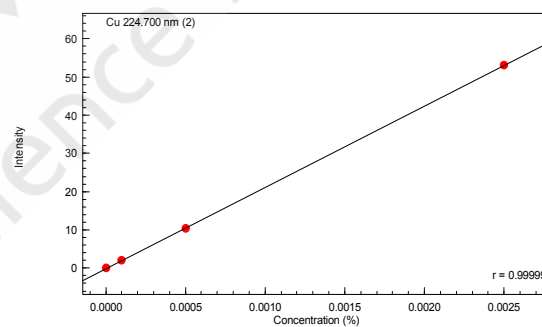


图 2 Cu 的标准曲线

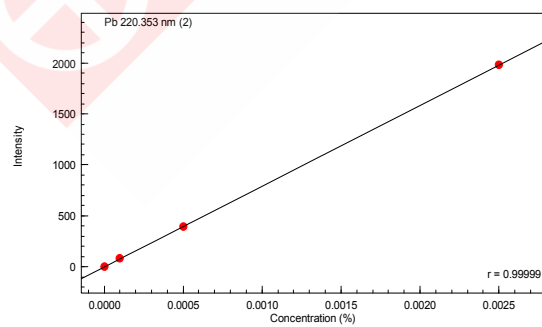


图 3 Pb 的标准曲线

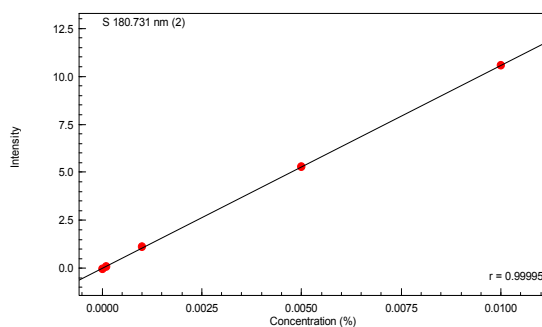


图 4 S 的标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Cd 214.438 Best

条件1

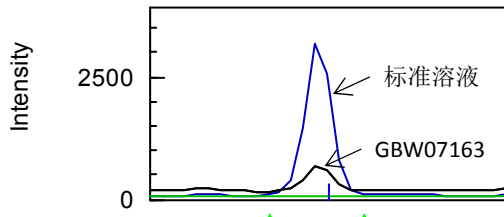


图 5 Cd 的谱峰轮廓图

Cu 224.700 Best

条件2

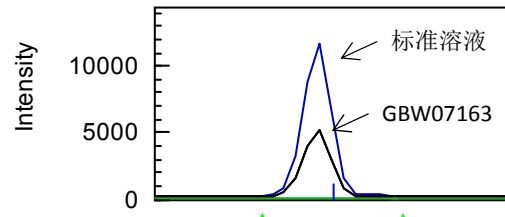


图 6 Cu 的谱峰轮廓图

Pb 220.353 Best

条件2

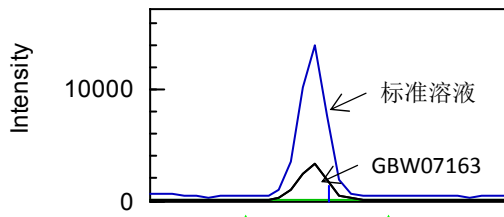


图 7 Pb 的谱峰轮廓图

S 180.731 Best

条件2

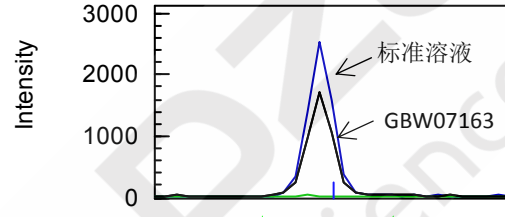


图 8 S 的谱峰轮廓图

2.4 多金属矿石样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量多金属矿石标准品中的常微量元素，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 多金属矿石样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GBW07163			单位
		标准值	测定值	RSD(%)	
Al ₂ O ₃	0.08	11.2±0.3	11.3	0.86	%
Fe	0.04	8.4±0.3	8.4	0.02	%
Zn	0.005	4.26±0.15	4.37	0.35	%
S	0.49	6.74±0.11	6.80	0.61	%
CaO	0.07	4.7±0.2	4.6	0.63	%
K ₂ O	0.88	3.1±0.3	3.0	0.86	%
As	0.04	0.28±0.03	0.25	0.32	%
Cu	0.04	1.05±0.03	1.07	0.09	%
Pb	0.20	2.17±0.07	2.17	0.20	%
MgO	0.09	1.39±0.07	1.33	0.56	%
Na ₂ O	0.08	0.24±0.04	0.21	1.22	%
Mn	0.006	0.38±0.04	0.39	0.25	%
Cd	0.0008	172±8	168	0.59	ug/g
Ag	0.0009	220±10	212	0.14	ug/g

3 结论

采用硝酸-氢氟酸封闭高压消解罐法前处理多金属矿石标准样品，ICP-AES 法测定了多金属矿石 GBW07163 标准物质中的 14 种常微量元素的含量。该方法线性范围宽，检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合，该方法适应于硫化物矿石中 S 含量小于 10% 的多金属矿石样品中微量元素的定量分析。



ICP-AES 测定页岩矿石中的多种微量元素

摘要: 采用高压消解罐法前处理页岩矿石样品, ICP-AES法测定了页岩GBW07107(GSR-5)标准物质中的14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, 方法检出限低, 精密度高, 分析结果与标准值相吻合, 可同时测定页岩矿石中的多种微量元素。

关键词: 地质 矿石 页岩 微量元素

页岩是一种黏土类沉积岩, 成分复杂, 但都具有薄片层状页理。页岩中除黏土矿物(如高岭石、蒙脱石、水云母、拜来石等)外, 还含有许多碎屑矿物(如石英、长石、云母等)和自生矿物(如铁、铝、锰的氧化物与氢氧化物等), 用硬物击打易裂成碎片。根据不同成分可以分为碳质页岩、油页岩、铁质页岩、钙质页岩等。页岩是制备陶粒的主要原料之一。不同的页岩其化学成分指标也不相同, 自然界存在的页岩, 其化学成分含量也是比较大的。本文使用 ICP-AES 法测定了页岩矿石 GBW07107(GSR-5)标准物质中 14 种微量元素含量。

1 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 HNO₃ 和 HF 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 0.1000g 页岩试样于封闭溶样器的聚四氟乙烯内罐中, 加入 1 mL HNO₃、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 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 1 mL HNO₃ 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 5h, 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

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

使用 6% 盐酸配制 Ba, Ce, Cr, Cu, La, Li, Mn, Nd, P, Sr, Ti, V, Y 和 Zr 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测定波长

测定元素	波长 (nm)	标准曲线浓度 (mg/L)					
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Ba*	455.403	0	1.00	2.00	3.00	5.00	--
Ce	413.765	0	0.50	1.00	3.00	5.00	--
Cr	267.716	0	0.50	1.0	3.00	5.00	--
Cu	324.754	0	0.10	0.50	1.00	3.00	--
La	398.852	0	0.10	0.50	1.00	3.00	--
Li*	670.784	0	0.10	0.50	1.00	3.00	--
Mn*	257.610	0	0.50	1.0	3.00	5.00	--
Nd	406.109	0	0.10	0.50	1.00	3.00	--
P	177.499	0	1.00	3.00	5.00	10.0	--
Sr*	407.771	0	0.50	1.00	3.00	5.00	--
Ti*	337.280	0	--	5.00	10.0	15.0	30.0
V	292.402	0	0.50	1.0	3.00	5.00	--
Y	371.030	0	0.10	0.50	1.00	3.00	--
Zr	339.198	0	0.10	--	1.00	3.00	--

*: 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线

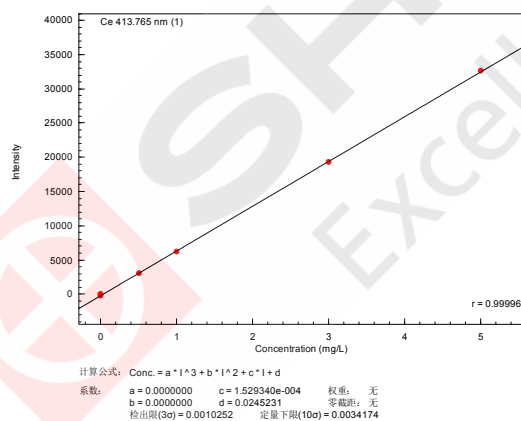


图 1 Ce 元素标准曲线

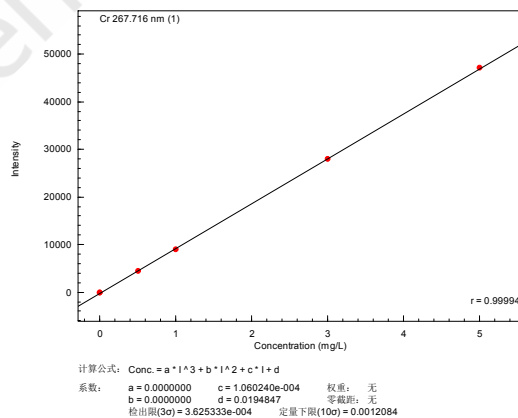


图 2 Cr 元素标准曲线

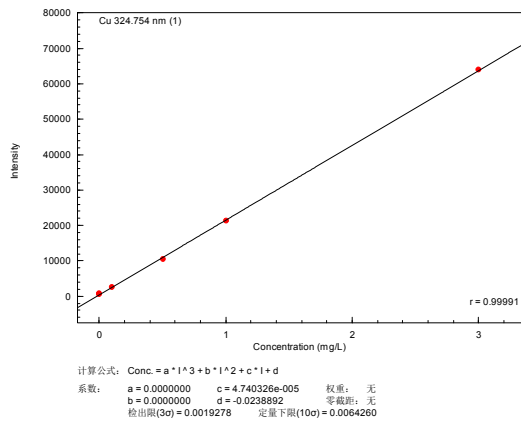


图 3 Cu 元素标准曲线

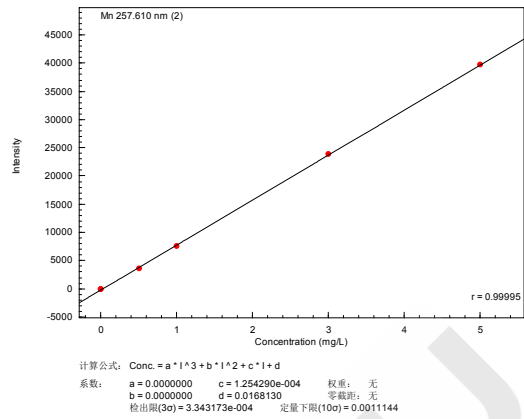


图 4 Mn 元素标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓

Ba 455.403 Best

条件2

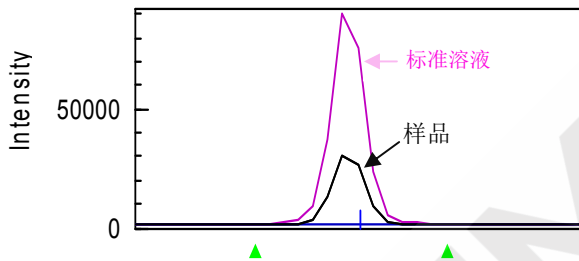


图 5 Ba 元素谱峰轮廓图

Cr 267.716 Best

条件1

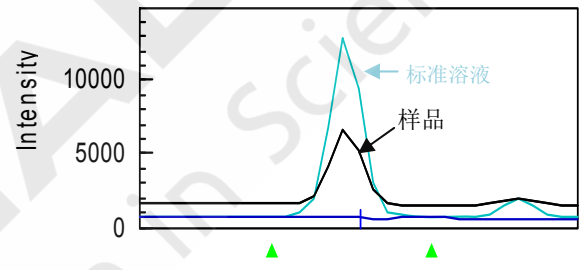


图 6 Cr 元素谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best

条件2

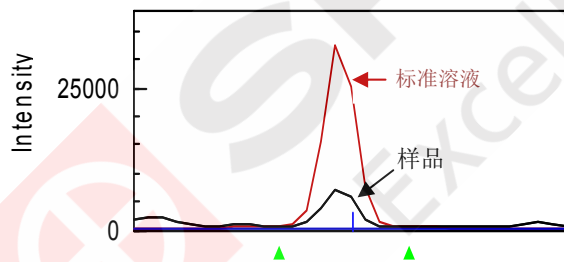


图 7 Mn 元素谱峰轮廓图

条件2

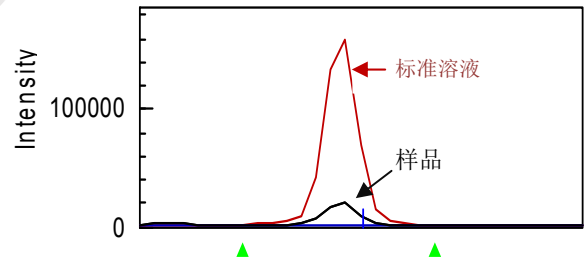


图 8 Sr 元素谱峰轮廓图

Y 371.030 Best

条件1

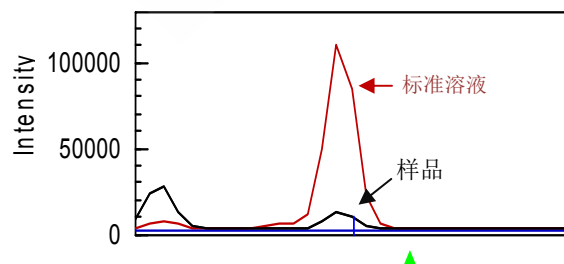


图 9 Y 元素谱峰轮廓图

Zr 339.198 Best

条件1

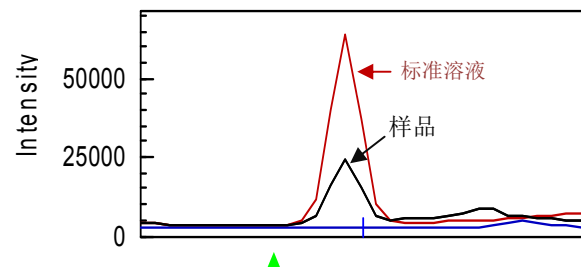


图 10 Zr 元素谱峰轮廓图

2.4 页岩矿石样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量页岩 GBW07107 (GSR-5) 标准品中的 14 种金属元素, 同时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)。

表 3 页岩 GBW07107 (GSR-5) 矿石样品分析结果

测定元素	检出限 (mg/L)	GBW07107 标准值	GBW07107 测定结果	单位	RSD (%)
Ba	0.0005	450±45	420	μg/g	0.48
Ce	0.001	109±12	108	μg/g	0.51
Cr	0.0004	99±8	105	μg/g	0.33
Cu	0.002	42±3	44.4	μg/g	0.61
La	0.001	62±5	58.3	μg/g	0.32
Li	0.02	44±2	45.9	μg/g	2.16
Mn	0.0003	173±17	158	μg/g	0.42
Nd	0.004	48±4	51.5	μg/g	1.36
P	0.01	690±53	678	μg/g	0.36
Sr	0.0002	90±11	95.6	μg/g	0.38
Ti	0.002	0.395±0.019	0.383	%	0.53
V	0.006	87±6	86	μg/g	0.25
Y	0.0002	26±3	25.2	μg/g	0.46
Zr	0.0003	96±13	85.2	μg/g	0.31

3 结论

采用高压消解罐法前处理页岩矿石样品, ICP-AES 法测定了页岩 GBW07107 (GSR-5) 标准物质中的 14 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, RSD 均小于 3%, 该方法检出限低, 简便快捷, 分析结果与标准值相吻合, 一次溶样可同时测定多种金属元素。

ICP-AES 测定正长岩岩中的微量元素

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种微量元素金属元素的含量。

1 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°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°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°C 保持 5h, 冷却后定容至 50 mL, 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

2 结果与讨论

2.1 标准曲线配制

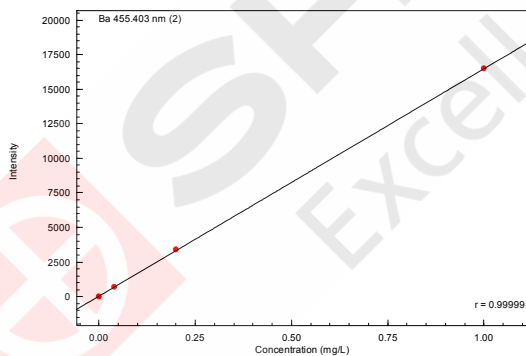
使用 5% 盐酸配制各元素的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

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
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

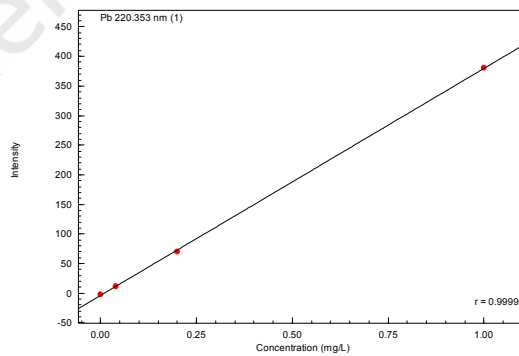
注：* 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线



计算公式: $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: $a = 0.0000000$ $c = 6.073820e-005$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0032608$ 零截距: 无
 检出限(3 σ) = 3.882885e-004 定量下限(10 σ) = 0.0012943

图 1 钡元素标准曲线



计算公式: $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.0026090$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = 0.0078284$ 零截距: 无
 检出限(3 σ) = 0.0086157 定量下限(10 σ) = 0.0287189

图 2 铅元素标准曲线

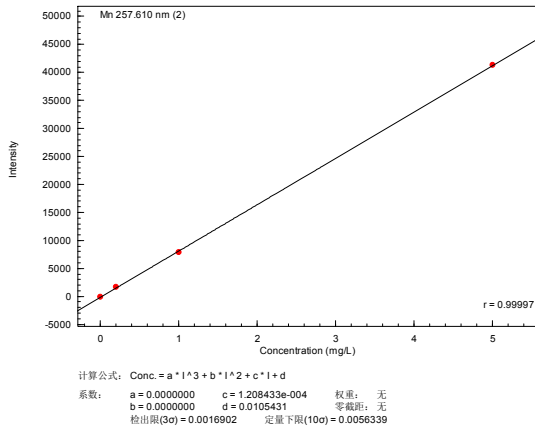


图3 锰元素标准曲线

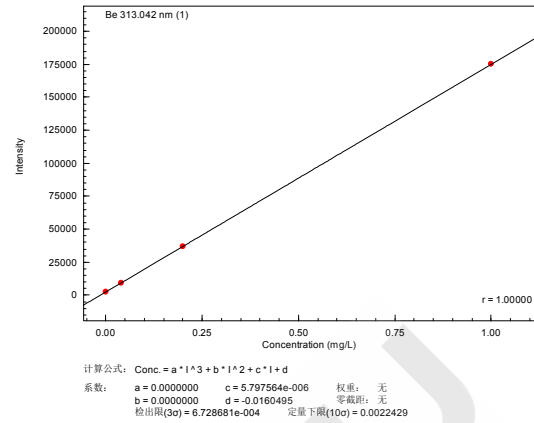


图4 铍元素标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

V 292.402 Best

条件1

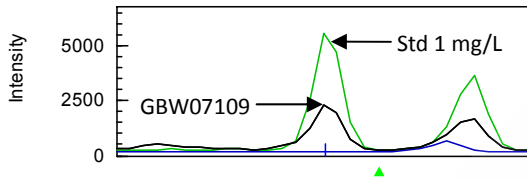


图5 钒元素谱峰轮廓图

Pb 220.353 Best

条件1

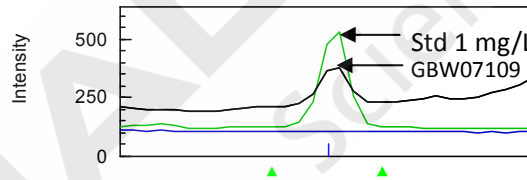


图6 铅元素谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best

条件2

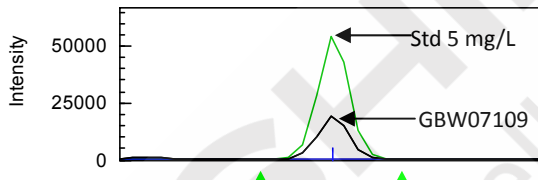


图7 锰元素谱峰轮廓图

Ba 455.403 Best

条件2

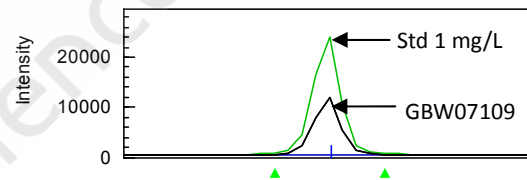


图8 钡元素谱峰轮廓图

Mg 383.826 Best

条件2

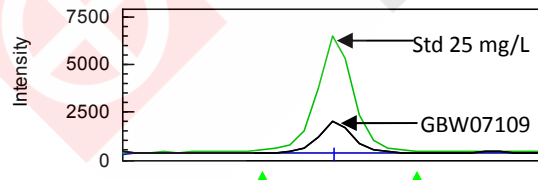


图9 镁元素谱峰轮廓图

Ti 336.121 Best

条件2

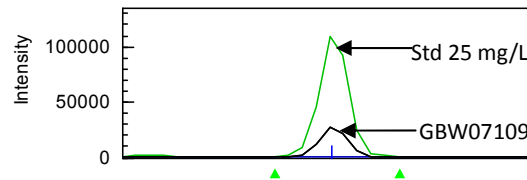


图10 钛元素谱峰轮廓图

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

3 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。

ICP-AES 测定花岗岩中的微量元素

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。

1 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°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°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°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

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线配制

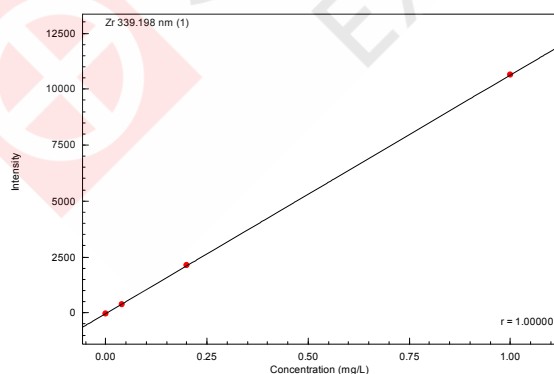
使用 10%盐酸配制各元素的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

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

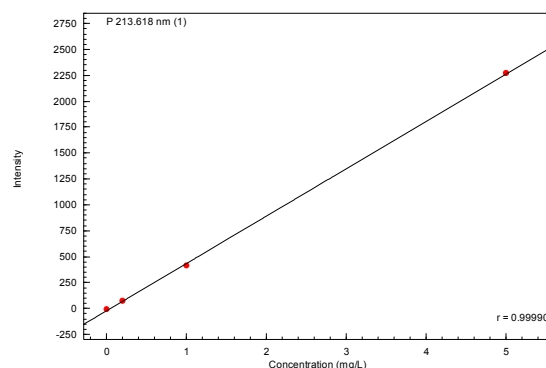
注：* 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线



计算公式: $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: $a = 0.0000000$ $c = 9.378535e-005$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = 0.0013202$ 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: $\text{Conc.} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.0021893$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = 0.0373862$ 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

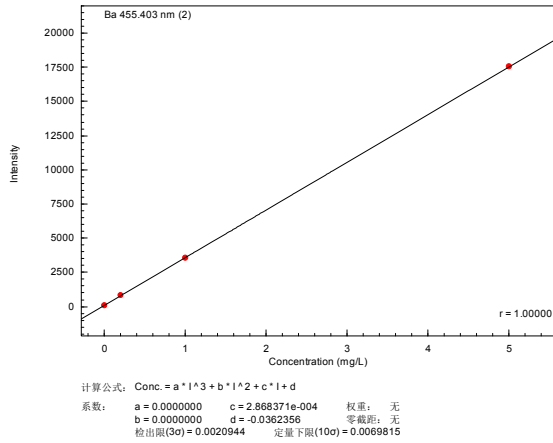


图 3 Ba 元素标准曲线图

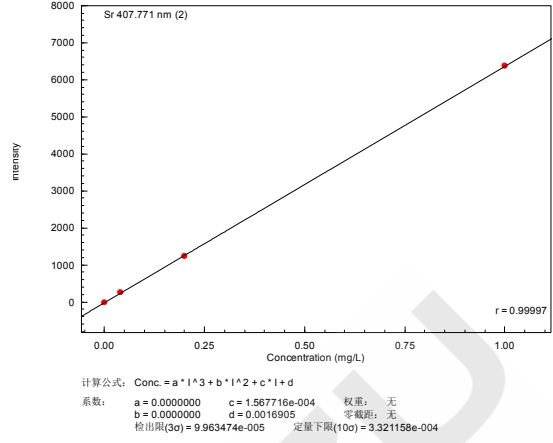


图 4 Sr 元素标准曲线图

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Zr 339.198 Best
条件1

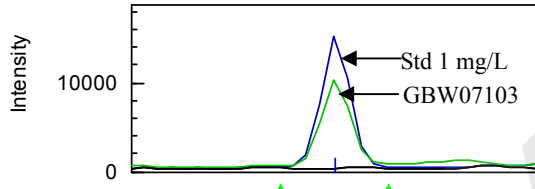


图 5 Zr 元素谱峰轮廓图

P 213.618 Best
条件1

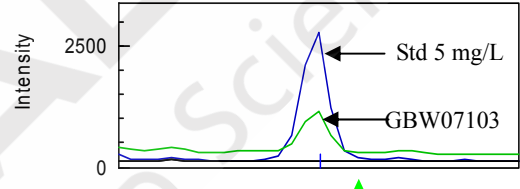


图 6 P 元素谱峰轮廓图

Ba 455.403 Best
条件2

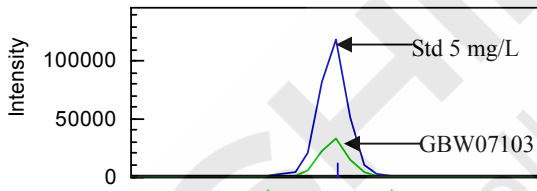


图 7 Ba 元素谱峰轮廓图

Sr 407.771 Best
条件2

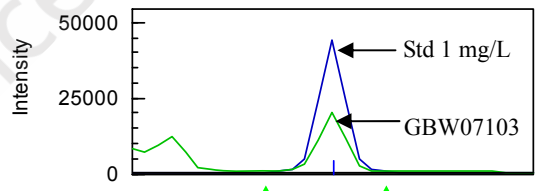


图 8 Sr 元素谱峰轮廓图

Be 313.107 Best
条件1

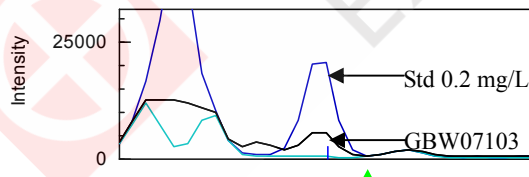


图 9 Be 元素谱峰轮廓图

B 249.678 Best
条件1

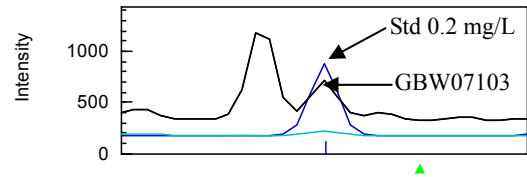


图 10 B 元素谱峰轮廓图

2.4 花岗岩样品分析结果及检出限

利用 ICPE-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

3. 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。

ICP-AES 测定超基性岩岩中的微量元素

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-basic rock)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。

1 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 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 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

2. 结果与讨论

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

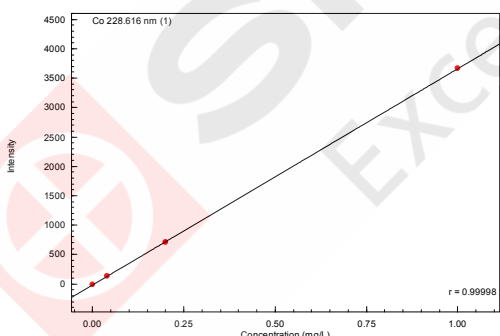


图 1 钴元素标准曲线图

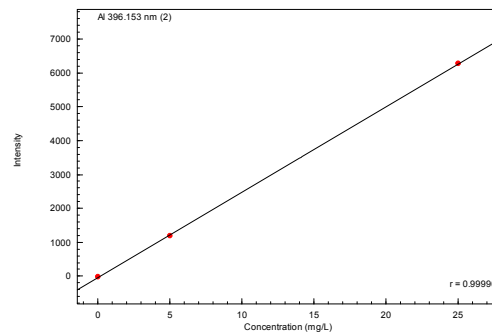


图 2 铝元素标准曲线图

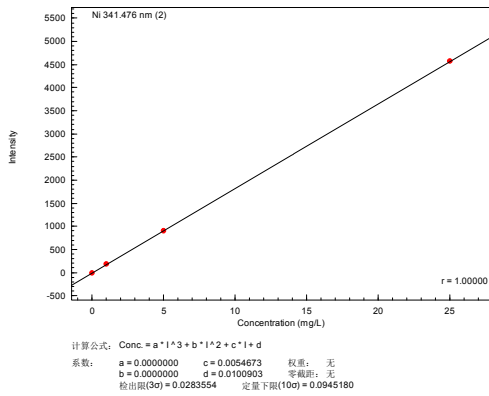


图3 镍元素标准曲线图

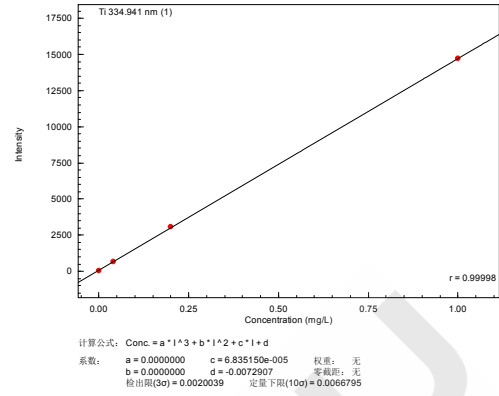


图4 钛元素标准曲线图

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Al 396.153 Best
条件2

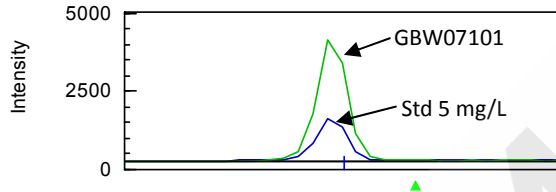


图5 铝元素谱峰轮廓图

Co 228.616 Best
条件1

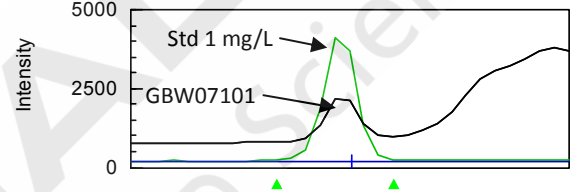


图6 钴元素谱峰轮廓图

Ni 231.604 Best
条件2

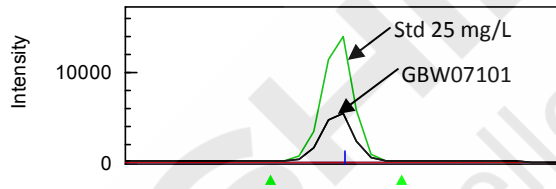


图7 镍元素谱峰轮廓图

Ti 334.941 Best
条件1

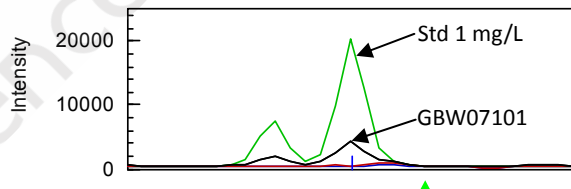


图8 钛元素谱峰轮廓图

2.4 超基性岩样品分析结果及检出限

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

3. 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。



ICP-AES 测定海洋沉积物锰结壳中的常量、微量元素

摘要: 参考《GB/T 20260-2006 海底沉积物化学分析方法》标准, 采用高压消解罐法前处理锰结壳样品, ICP-AES法测定了锰结壳GBW07296和GSMC-1标准物质中的18种金属元素含量。实验结果表明, 该方法线性相关系数良好, 能够同时测定结壳中的常量、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: 海洋沉积物 锰结壳 常量 微量 元素 元素间校正

开发海洋资源, 保护海洋环境和维护国家的海洋权益是当今的世界潮流。当今资源与环境密不可分, 但无论是矿产资源开发还是海洋环境保护, 首先都要弄清其化学成分, 因此分析技术研究总是前期研究工作中必不可少的重要一环。海洋沉积物 (marine sediments) 是指各种海洋沉积作用所形成的海底沉积物的总称, 海洋沉积物中常量、微量元素的测定, 是海洋科学、环境保护、地化研究必不可少的内容之一。本文使用 ICP-AES 法研究测定了锰结壳 GBW07296 和 GSMC-1 标准物质中的 18 种金属元素含量。

1 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 HNO₃ 和 HF 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

将锰结壳标准样品 GBW07296 和 GSMC-1 置于烘箱内 50℃ 烘干后, 转移至玛瑙研钵中碎样至 200 目待用。将粉碎后的样品于 105℃ 烘干 3 小时后, 冷却至室温, 然后准确称取约 50.00 mg 样品于聚四氟乙烯内罐中, 去离子水润湿样品, 加入 1.50 mL HNO₃ (摇匀) 和 1.50 mL HF, 加盖及钢套密闭, 放入烘箱中于 195℃ 加热并保持 48 h 以上。冷却后取出内罐, 置于电热板上蒸至湿盐状, 再加入 1mL HNO₃ 蒸干 (除去残余的 HF)。最后再加入 3mL 高纯 HNO₃(1:1), 加盖及钢套密闭, 放入 150℃ 的烘箱中保持 24 h, 以保证对样品的完全提取。冷却后, 将提取液转移至干净的 PET (聚酯) 容量瓶瓶中, 去离子水稀释至 25.00 g, 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	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	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

使用 6%硝酸配制 Al, Ba, Ce, Co, Cu, K, Na, La, Mo, Ni, P, Pb, Sr, Ti, V, Y, Zn 和 Zr 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	STD5
Al*	394.403	0	--	3.0	5.0	10	100
Cu*	324.754	0	--	3.0	5.0	10	50
Co*	238.892	0	1.0	3.0	5.0	30	--
Pb	220.353	0	1.0	3.0	5.0	--	--
Ni*	221.647	0	--	5.0	10	20	50
Ba*	455.403	0	0.5	1.0	5.0	--	--
Sr*	407.771	0	0.5	1.0	5.0	--	--
K*	766.490	0	1.0	3.0	5.0	20	--
Ti*	334.941	0	--	1.0	3.0	10	50
Na*	589.592	0	--	1.0	3.0	10	50
P*	178.287	0	1.0	3.0	5.0	20	--
Ce	413.380	0	0.5	1.0	3.0	--	--
Mo	202.030	0	0.5	1.0	3.0	--	--
V*	292.402	0	0.5	1.0	3.0	--	--
Zn*	206.200	0	0.5	1.0	3.0	--	--
Zr*	339.198	0	0.5	1.0	3.0	--	--
La	398.852	0	0.5	1.0	3.0	--	--
Y*	371.030	0	0.5	1.0	3.0	--	--

注: *纵向观测

各元素标准曲线如下:

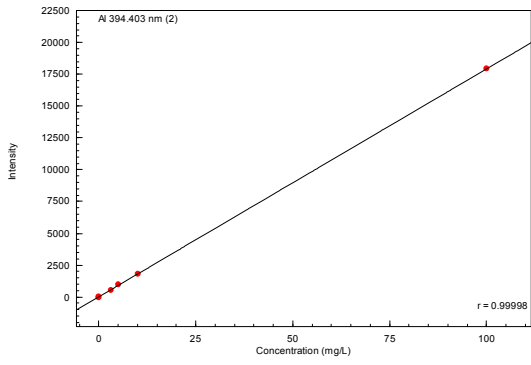


图 1 铝的标准曲线

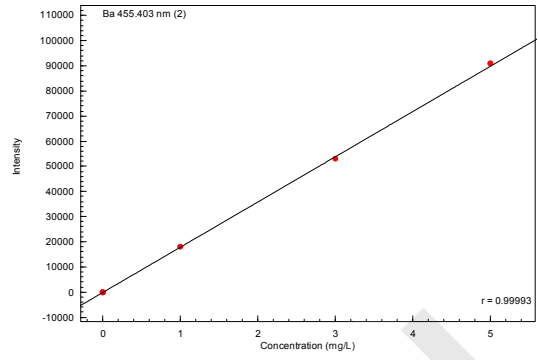


图 2 钡的标准曲线

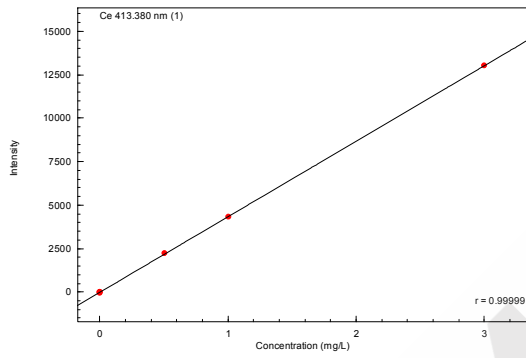


图 3 铈的标准曲线

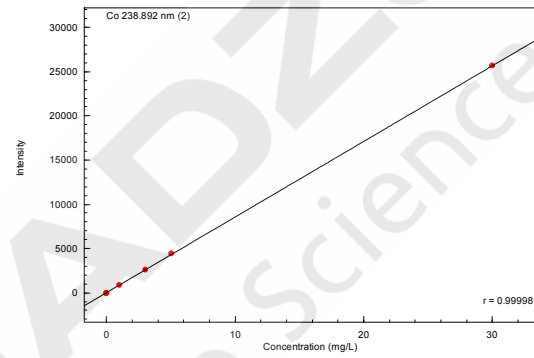


图 4 钴的标准曲线

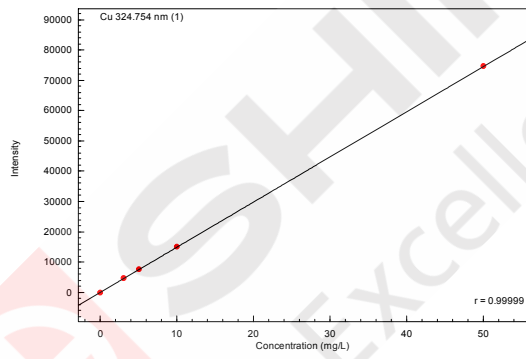


图 5 铜的标准曲线

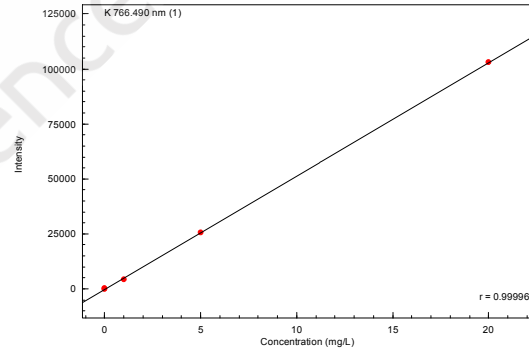


图 6 钾的标准曲线

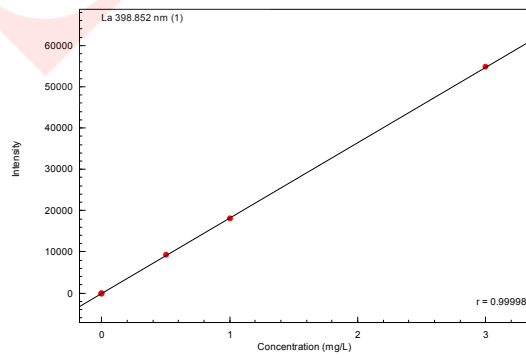


图 7 镧的标准曲线

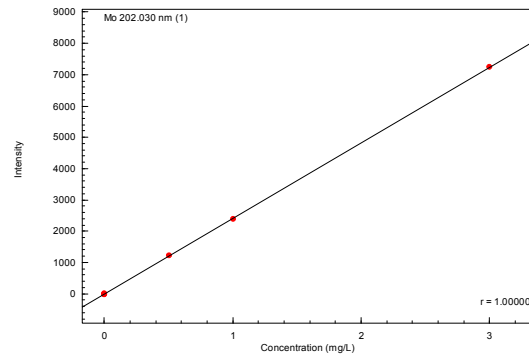


图 8 钼的标准曲线

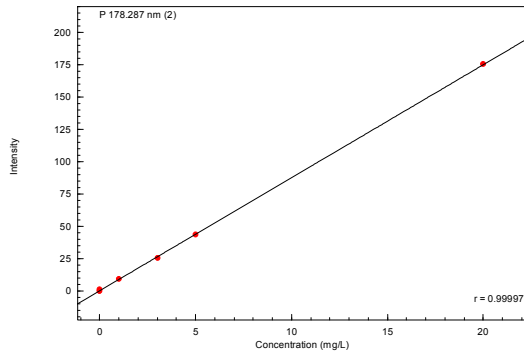


图 9 钠的标准曲线

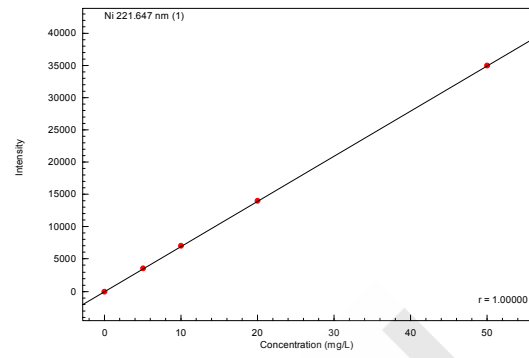


图 10 镍的标准曲线

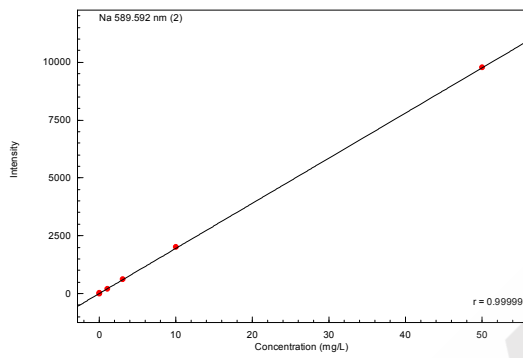


图 11 磷的标准曲线

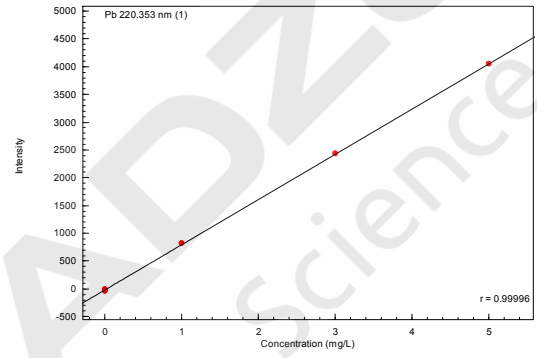


图 12 铅的标准曲线

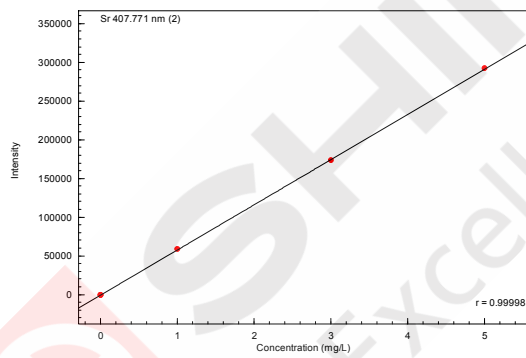


图 13 锶的标准曲线

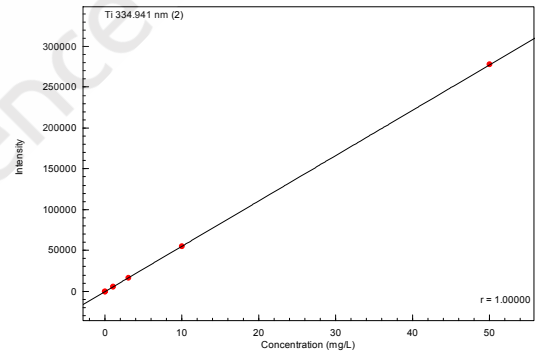


图 14 钛的标准曲线

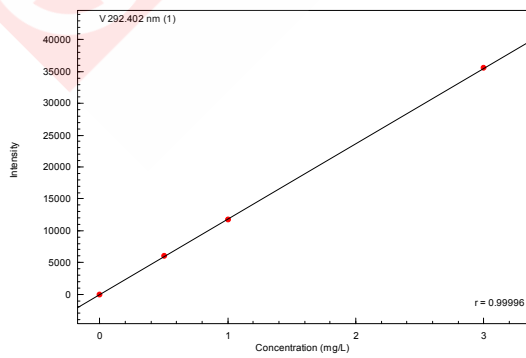


图 15 钒的标准曲线

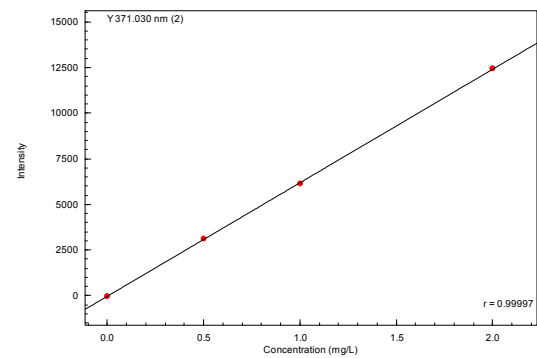


图 16 钇的标准曲线

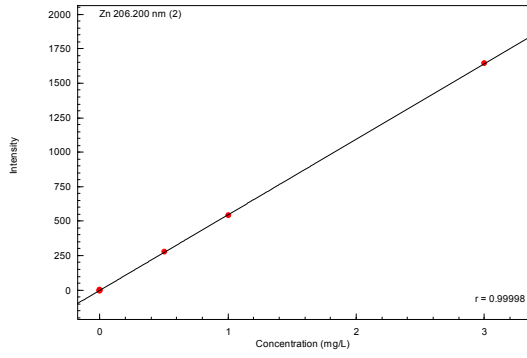


图 17 锌的标准曲线

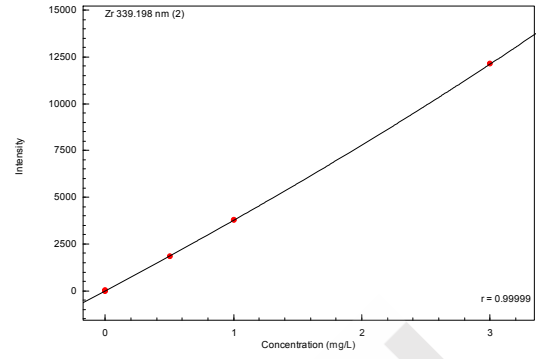
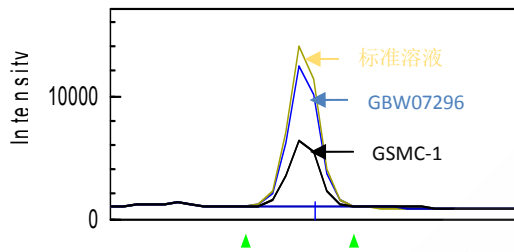


图 18 锆的标准曲线

2.2 部分元素谱峰轮廓

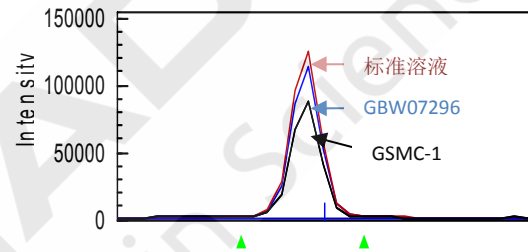
Na 589.592 Best

条件2



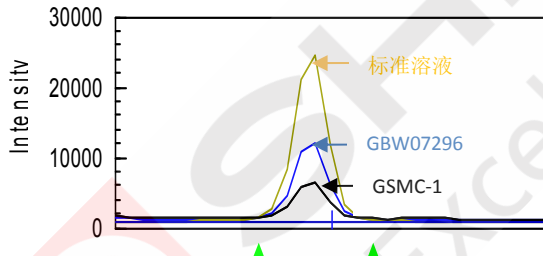
Ba 455.403 Best

条件2



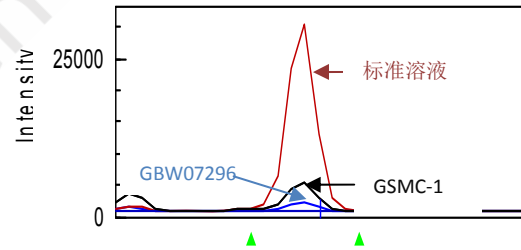
Al 394.403 Best

条件2



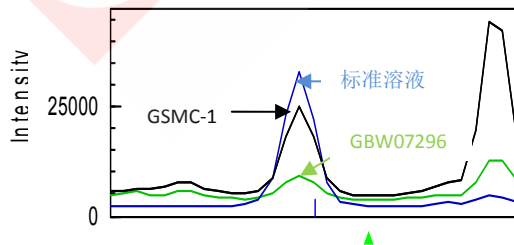
Y 371.030 Best

条件2



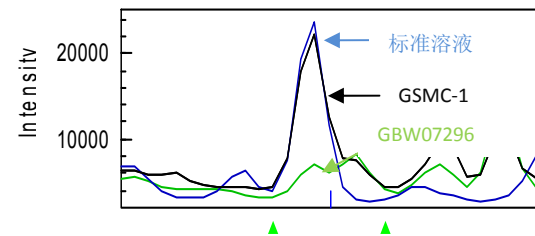
La 398.852 Best

条件1



Ce 413.380 Best

条件1



Zr 339.198 Best

条件1

P 178.287 Best

条件1

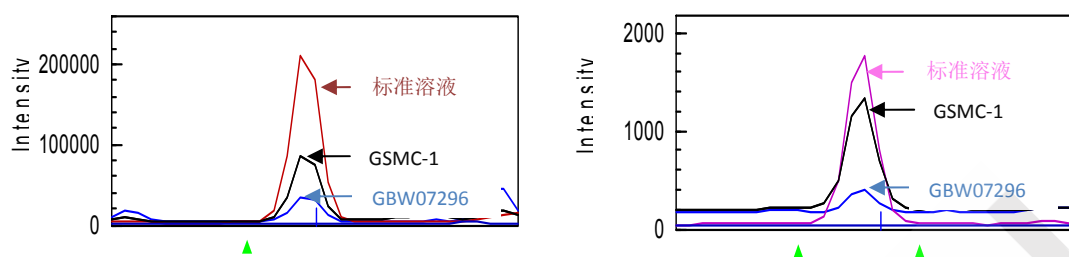


图 19 部分元素的谱峰轮廓图

2.3 锰结壳样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量锰结壳标准品中的各元素，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 锰结壳 GBW07296 样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GBW07296 标准值	GBW07296 测定结果	单位	RSD (%)
Al ₂ O ₃	0.03	4.7±0.3	4.40	%	0.54
Ba	0.0004	0.24±0.02	0.226	%	0.7
Ce	0.002	249±21	253	μg/g	0.48
Co	0.0005	0.17±0.01	0.16	%	1.25
Cu	0.001	1.36±0.04	1.36	%	1.17
K ₂ O	0.02	1.14±0.05	1.09	%	1.95
La	0.0003	96±10	91.3	μg/g	0.68
Mo	0.0007	622±37	590	μg/g	0.62
Na ₂ O	0.05	3.03±0.14	2.95	%	0.54
Ni	0.004	1.55±0.07	1.55	%	1.18
P ₂ O ₅	0.03	0.37±0.06	0.33	%	2.04
Pb	0.004	328±33	308	μg/g	0.43
Sr	0.0001	561±62	540	μg/g	0.77
TiO ₂	0.001	0.54±0.04	0.50	%	0.70
V	0.0003	442±51	414	μg/g	0.07
Y	0.001	84±3	81.60	μg/g	0.20
Zn	0.004	0.16±0.01	0.156	%	0.76
Zr	0.0001	256±31	241	μg/g	0.33

表 4 锰结壳 GSMC-1 样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GSMC-1 标准值	GSMC-16 测定结果	单位	RSD (%)
Al ₂ O ₃	0.03	2.1±0.1	2.04	%	0.53
Ba	0.0004	0.185±0.07	0.177	%	0.62
Ce	0.002	0.132±0.07	0.132	%	0.68
Co	0.0005	1.30±0.09	1.29	%	0.49
Cu	0.001	0.14±0.01	0.13	%	1.05
K ₂ O	0.02	0.76±0.06	0.72	%	1.09
La	0.0003	352±23	330	μg/g	0.73
Mo	0.0007	493±22	474	μg/g	0.78
Na ₂ O	0.05	1.47±0.08	1.41	%	0.51
Ni	0.004	0.44±0.02	0.44	%	0.30
P ₂ O ₅	0.03	1.59±0.09	1.60	%	0.2
Pb	0.004	0.15±0.01	0.14	%	1.21
Sr	0.0001	0.147±0.07	0.149	%	0.52
TiO ₂	0.001	2.2±0.2	2.13	%	0.59
V	0.0003	603±53	600	μg/g	0.46
Y	0.001	239±9	237	μg/g	0.66
Zn	0.004	676±70	675	μg/g	0.31
Zr	0.0001	656±46	610	μg/g	0.26

3 结论

参考《GB/T20260-2006 海底沉积物化学分析方法》标准，采用高压消解罐法前处理锰结壳样品，ICP-AES 法测定了锰结壳 GBW07296 和 GSMC-1 标准物质中的 18 种金属元素含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好，能够同时测定结壳中的常量、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。

ICP-AES 法测定海洋沉积物中的常微量元素

摘要: 采用高压消解罐法消解海洋沉积物样品, 采用标准物质制作工作曲线, 利用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定了海洋沉积物标准物质GSD-9中的16种无机元素含量。实验结果表明, 该方法线性相关系数良好, 精密度高, RSD值均小于1%, 测定值与标准值基本吻合, 可以准确测定海洋沉积物中的常微量元素。

关键词: 海洋沉积物 常微量 无机元素

海洋沉积物(marine sediments)是指各种海洋沉积作用所形成的海底沉积物的总称。开发海洋资源, 保护海洋环境和维护国家的海洋权益是当今世界潮流。确定元素在海洋不同介质中元素的丰度及赋存形态, 为研究元素的共生组合, 阐明元素的富集途径, 揭示元素的演化历史和循环规律提供保障, 广泛应用于地质矿产勘探、海洋环境质量评价、物源示踪及古环境演化研究中。本文利用同基体的水系沉积物标准物质 GSD-11 和海洋沉积物标准物质 GSMS-1 作标准曲线, 使用 ICP-AES 法研究测定了沉积物标准物质 GSD-9 中的 16 种无机元素含量。

1 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 和 HF 高纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

将沉积物样品置于烘箱内 50°C 烘干后, 转移至玛瑙研钵中碎样至 200 目待用。将粉碎后的样品于 105°C 烘干 3 小时后, 冷却至室温, 然后准确称取约 50.00 mg (49.5 mg~50.5 mg) 样品于聚四氟乙烯内罐中, 去离子水润湿样品, 加入 1.50 mL HNO_3 (摇匀) 和 1.50 mL HF, 加盖及钢套密闭, 放入烘箱中于 195°C 加热并保持 48 h 以上。冷却后取出内罐, 置于电热板上蒸至湿盐状, 再加入 1 mL HNO_3 蒸干(除去残余的 HF)。最后再加入 3 mL 高纯 HNO_3 (1+1), 加盖及钢套密闭, 放入 150°C 的烘箱中保持 24 h, 以保证对样品的完全提取。冷却后, 将提取液转移至干净的 PET (聚酯) 瓶中, 去离子水定容至 50.00 g, 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

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

使用 5% 的硝酸作为零点, 水系沉积物标准物质 GSD-11 和海底沉积物标准物质 GSMS-1 为高浓度点制作标准曲线。其标准值如表 2。

表 2 GSD-11 和 GSMS-1 的标准值

元素	GSD-11			GSMS-1		
	标准值	标准偏差	单位	标准值	标准偏差	单位
Al ₂ O ₃	10.37	0.10	%	13.75	0.09	%
CaO	0.47	0.03	%	1.71	0.03	%
Fe ₂ O ₃	4.39	0.07	%	6.58	0.07	%
K ₂ O	3.28	0.07	%	2.95	0.05	%
MgO	0.62	0.07	%	3.38	0.05	%
Na ₂ O	0.46	0.03	%	4.81	0.05	%
P	255	27	μg/g	0.45*	0.01	%
Mn	2490	84	μg/g	0.43*	0.01	%
Ti	2100	100	μg/g	0.67*	0.01	%
Ba	260	17	μg/g	0.44	0.02	%
Cu	79	3	μg/g	424	8	μg/g
Cr	40	3	μg/g	58.4	1.3	μg/g
Sr	29	4	μg/g	267	15	μg/g
V	47	3	μg/g	112	5	μg/g
Zn	373	14	μg/g	160	3	μg/g
Zr	153	13	μg/g	177	10	μg/g

注: *代表元素的氧化物

2.2 部分元素标准曲线

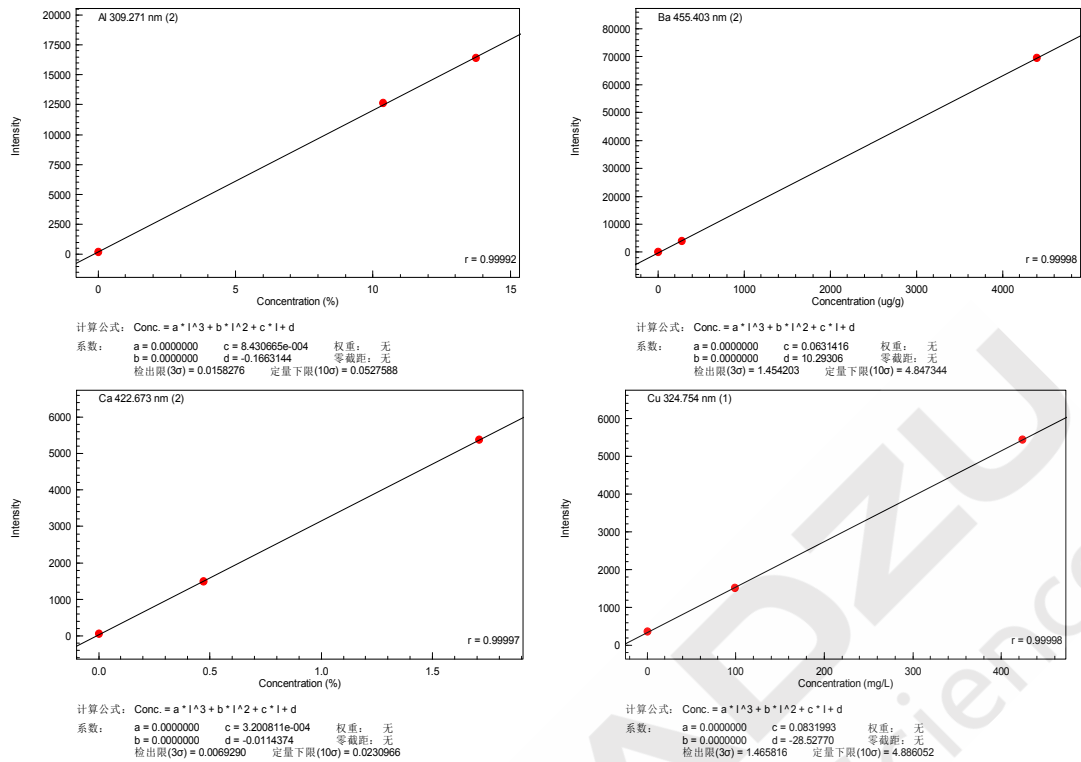
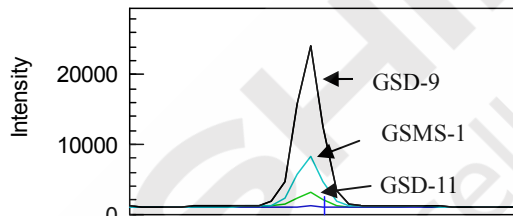


图1 部分元素的标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓

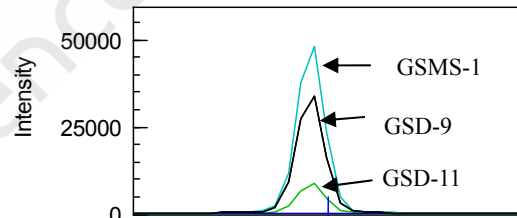
Ca 422.673 Best

条件2



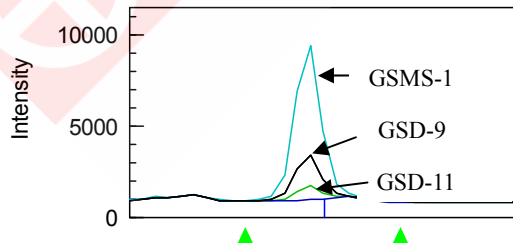
Mg 285.213 Best

条件2



Na 589.592 Best

条件2



Zn 206.200 Best

条件1

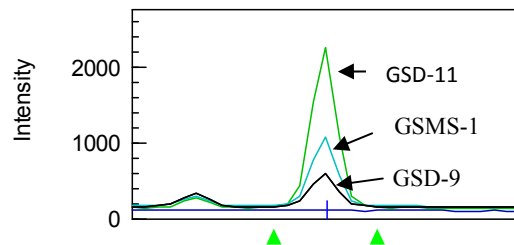


图2 部分元素的谱峰轮廓图

2.4 沉积物样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测定海洋沉积物标准品中的各元素，同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定，求出各元素的检出限。

表 3 沉积物样品分析结果

元素	分析 波长	观测方式	检出限 (mg/L)	GSD-9			
				标准值	测定值	RSD(%)	单位
Al ₂ O ₃	309.271	纵向	0.02	10.58±0.10	10.55	0.13	%
CaO	422.673	纵向	0.007	5.35±0.09	5.42	0.18	%
Fe ₂ O ₃	233.280	纵向	0.02	4.86±0.07	4.98	0.33	%
K ₂ O	766.490	纵向	0.13	1.99±0.06	2.01	0.36	%
MgO	285.213	纵向	0.003	2.39±0.06	2.40	0.18	%
Na ₂ O	589.592	纵向	0.02	1.44±0.0.04	1.40	0.34	%
P	177.499	轴向	0.02	670±23	660	0.82	μg/g
Mn	260.569	纵向	0.004	620±020	610	0.15	μg/g
Ti	334.941	轴向	0.001	5500±160	5590	0.31	μg/g
Ba	455.403	纵向	0.001	430±18	418	0.07	μg/g
Cu	324.754	轴向	0.001	32±2	32.1	0.47	μg/g
Cr	267.716	轴向	0.0005	85±7	81.8	0.65	μg/g
Sr	421.552	纵向	0.001	166±9	175	0.47	μg/g
V	292.402	轴向	0.0007	97±6	98.9	0.74	μg/g
Zn	206.200	轴向	0.002	78±4	76.4	0.79	μg/g
Zr	339.198	轴向	0.0006	370±20	368	0.71	μg/g

3 结论

参考《GB/T20260-2006 海底沉积物化学分析方法》标准，采用高压消解罐法前处理海洋沉积物样品，利用同基体的沉积物标准物质 GSD-11 和 GSMS-1 作标准曲线，ICP-AES 法测定了海洋沉积物标准物质 GSD-9 中的 16 种无机元素含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好，精密度高，RSD 值均小于 1%，分析结果与标准值相吻合，可以准确测定海洋沉积物中的常微量元素。

岩矿土壤沉积物中微量元素的分析

摘要: 用直接粉末压片法, 对 GSS 系列土壤标准物质、GSR 系列岩石标准物质、GSD 系列水系沉积物标准物质, 进行了综合 X 射线荧光光谱分析, 对其中的 32 个主次量元素进行分析。结果令人满意。

关键词: X 射线荧光光谱 土壤 岩石 水系沉积物

土壤、岩矿、沉积物中各元素含量的分析测定对地矿勘查、地球化学研究、环境污染监控有着十分重大的意义。我们用顺序式 X 射线荧光光谱仪对相关标样中 32 个主次量元素进行了分析, 采用粉末直接压片, 考虑背景影响、Rh 康普顿线影响、基体效应等, 成功的制定了工作曲线, 进行了准确度和精确度测定, 结果都相当满意。在诸多的元素含量分析方法中, X 射线荧光光谱分析法稳定性、分析速度、准确性都非常好。在地矿、土壤、环保领域将有广泛的用途。

1 仪器与测量条件

仪器: 岛津 XRF-1800 型顺序式 X 射线荧光光谱仪; 4KW 铑靶端窗 X 射线管; 具体测量条件见表一 (略)

2 试验部分

2.1 试样制备

标样或样品在 105~110℃ 烘箱烘干 1 h, 取 3g 左右粒度大于 180 目的样品, 40 吨压样机压制直径 40mm, 厚 4 mm 的镶边样品。

2.2 工作曲线的制作

按以上条件压制好的样品在选定条件下测试相关元素的强度, 充分考虑颗粒度、背景、散射线的影 响, 制作工作曲线。

2.3 谱线的选择使用

在本标样体系中, 有较多元素存在互相之间的重叠影响, 我们充分利用 LiF(220)对过渡元素及部分稀土的分辨率大的优点进行合理的回避, 同时考虑谱线干扰的存在进行设定, 见表 1 元素谱线。

表 1 元素谱线

元素	谱线	元素	谱线	元素	谱线
Cl	Ka	Nd	Lb1	Pb	Lβ1
S	Ka	Mn	Ka	Th	La

P	Ka	Fe	Ka	Rb	Ka
Al	Ka	Ni	Ka	Sr	Ka
Si	Ka	Hf	La	Y	Ka
Na	Ka	Cu	Ka	Zr	Ka
Mg	Ka	Zn	Ka	Nb	Ka
K	Ka	As	Ka	Co	Ka
Ca	Ka	Bi	La	Ga	Ka
Ba	La	Br	Ka	Ti	Ka

2.4 基体效应及其处理

在这些标样中，主量成份依次是：SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、CaO、K₂O、Na₂O 和 MgO，也含有较高含量的 Ti、Ba 和 P、S。元素的跨度最大可达 30~40%，元素间的基体效应十分明显且复杂，重点考虑了变化量大的元素对其他元素的影响，见表 2 元素基体效应。

表 2 元素基体效应

分析元素	基体影响	重叠影响
Th (La)	K、Ca、Fe、Ti	Pb、Bi
Ba (La)	Mg、Ca、Fe	Ti
Zr (Ka)	Fe、K、Ca	Sr
Y (Ka)	K、Ca、Ti、Fe	Rb
Cl (Ka)	K、Ca、Fe	Mo
S (Ka)	Al、Mg、Ca	Cu、Mo
As (Ka)	Mg、Ca、Fe	Pb
Co (Ka)	Mg、K、Ca、Fe、Al	Fe
Mn (Ka)	Fe、Ca、Al、K	Cr
V (Ka)	Al、Si、Mg、Ca、Fe	Ti
Cr (Ka)	Al、Mg、Fe、Ca、K	V

2.5 散射线内标的使用

在本体系中，我们对其中多元素进行扣背景处理，并且考虑颗粒的影响，对部分元素选择 Rh 的散射线作为内标。

3 定性定量测量结果

3.1 定性谱图示例（元素的位置示意）

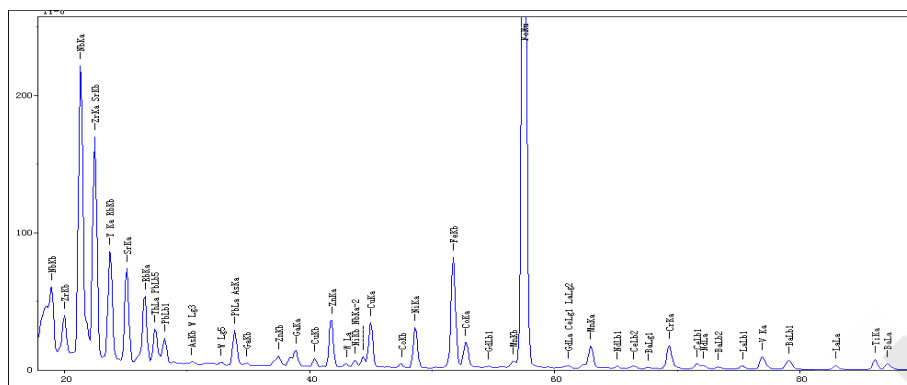


图1 谱图定性

3.2 定量分析示例(ppm)

Sample	No.	P	Ba	Ti	V	Cr	Mn	Ni	Hf	Cu	Zn	As
GSD22	1	548	401	3886	100	70	989	34	6	25	81	17
	2	550	389	3928	105	71	995	34	7	24	83	18
	3	554	424	3918	96	73	994	34	7	25	81	17
	STD	561	404	3750	102	68	987	35	6	27	83	19
GSD27	1	391	360	2056	48	46	590	20	8	246	115	35
	2	384	346	2067	48	42	584	18	9	242	114	36
	3	384	334	2069	44	45	590	19	7	244	111	35
	STD	389	369	2170	46	40	614	21	6	247	116	37

Sample	No.	Bi	Br	Ga	Pb	Th	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Cl
GSD22	1	0	1.1	18	35	15	120	86	25	211	14	100
	2	1.0	0.9	17	29	14	118	85	26	209	15	95
	3	0.6	0.8	18	36	13	117	85	25	213	15	95
	STD	0.5	1.2	19	31	13	119	84	25	210	15	114
GSD27	1	1.5	1.1	14	116	17	139	179	23	189	12	65
	2	1.9	1.0	14	120	15	139	177	22	196	12	61
	3	2.3	0.9	14	114	17	138	180	23	201	11	65
	STD	1.2	0.9	14	127	18	141	185	23	188	12	69

Sample	No.	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Na ₂ O	MgO	K ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃
GSD22	1	14.46	64.96	1.04	1.43	2.60	3.85	5.90
	2	14.63	63.64	1.04	1.47	2.63	3.83	5.93
	3	14.65	63.86	1.04	1.47	2.62	3.82	5.90
	STD	14.18	63.07	1.11	1.55	2.51	3.69	5.84
GSD27	1	10.38	65.36	1.74	0.95	2.83	8.18	2.99
	2	10.31	65.45	1.72	0.96	2.84	8.33	2.97
	3	10.32	65.59	1.70	0.99	2.83	8.29	2.95
	STD	10.84	64.22	1.74	0.87	2.86	8.19	3.07

注：STD 是标准值，上述数据说明对样品中微量元素的检测结果。

4 结果讨论

1) 土壤、岩矿、沉积物中诸多低量及微量元素的分析用压片法得到很好的验证，可以广泛推广使用。XRF 分析是一种多快好省的分析方法。

2) 主量元素的分析结果准确性不及低微含量元素，主要原因是因为矿物效应、粒度效应、基体范围过广造成（例如 Ca 的含量从 0.X% 到 35%）。应使用熔片法解决这一问题。



本公司三条工厂获得 ISO 认证

JQA-0376

⊕ 岛津企业管理 (中国) 有限公司 / 岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京

北京市朝阳区朝外大街 16 号中国人寿大厦 14F
 邮政编码: 100020
 电话: (010) 8525-2310/2312
 传真: (010) 8525-2326/2329

上海

上海市淮海西路 570 号红坊 E 楼
 邮政编码: 200052
 电话: (021) 2201-3888
 传真: (021) 2201-3555

沈阳

沈阳市和平区南京北街 161 号嘉润·东方香榭里大厦 C 座 14 层
 邮政编码: 110001
 电话: (024) 2383-6735
 传真: (024) 2383-6378

四川

成都市锦江区创意产业商务区三色路 38 号博瑞创意成都 B 座 12 层
 邮政编码: 610015
 电话: (028) 8619-8421/8422
 传真: (028) 8619-8420

武汉

武汉市汉口建设大道 568 号新世界国贸大厦 1 座 41 层 4116 室
 邮政编码: 430022
 电话: (027) 8555-7910
 传真: (027) 8555-7920

广州

广州市流花路 109 号之 9 达宝广场 7 楼
 邮政编码: 510010
 电话: (020) 8710-8603
 传真: (020) 8710-8698

西安

西安市南二环西段 88 号老三届世纪星大厦 24 层 G 座
 邮政编码: 710065
 电话: (029) 8838-6016
 传真: (029) 8838-6497

乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路 339 号中泉广场 14 层 H 座
 邮政编码: 830000
 电话: (0991) 230-6271/6272
 传真: (0991) 230-6273

昆明

昆明市青年路 432 号天恒大酒店 908 室
 邮政编码: 650021
 电话: (0871) 315-2987
 传真: (0871) 315-2991

南京

南京市中山南路 49 号商茂世纪广场 23 层 A1 座
 邮政编码: 210005
 电话: (025) 8689-0278
 传真: (025) 8689-0237

重庆

重庆市渝中区青年路 38 号重庆国贸中心 1702 室
 邮政编码: 400010
 电话: (023) 6380-6057/6058
 传真: (023) 6380-6551

深圳

深圳市福田区福华一路 98 号卓越大厦 15 楼 1 号
 邮政编码: 518040
 电话: (0755) 8340-2852
 传真: (0755) 8389-3100

河南

郑州市郑东新区金水东路 21 号永和国际广场 A 区 14 层 1405、1406 室
 邮政编码: 450046
 电话: (0371) 8663-2981/2983
 传真: (0371) 8663-2982

香港

Suite 1028, Ocean Centre, Harbour City,
 Tsim Sha tsui, Kowloon, Hong-Kong
 电话: (00852) 2375-4979
 传真: (00852) 2199-7438

用户服务热线电话: 800-8100439
 400-6500439

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准
 样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

日本总公司工厂已通过 ISO 质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知