

## 煤矸石稀土元素的测定

### 摘要

本方案参考《岩矿分析》建立了一种利用微波消解仪消解煤矸石中稀土元素的方法，通过设定程序升温，在高温高压下消解样品，可以充分的分解样品，实验表明，样品的回收率和稳定性良好。

该方法可以实现标准曲线的自动配置，加酸仪自动准确的加入相应酸量实现最优化。有效避免和减少试剂对分析人员造成的健康危害，微波消解仪提高人员的使用安全性。

### 关键词：

消解仪； 电感耦合等离子体质谱仪

### 1. 仪器设备

subCLEAN 高纯酸制备系统，Milestone；

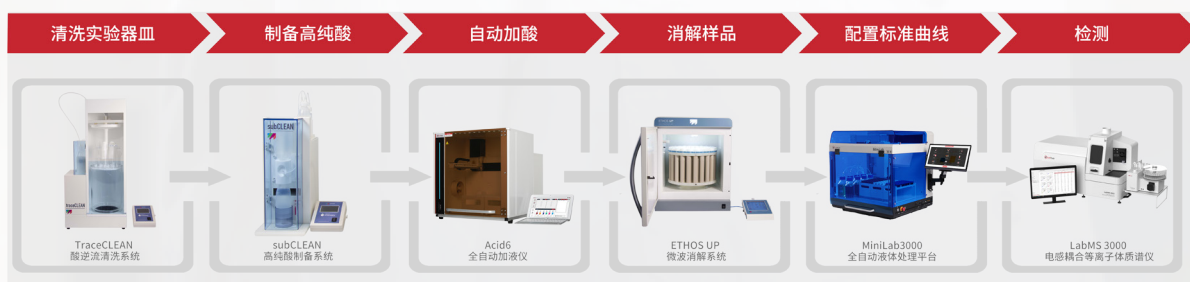
TraceCLEAN 酸逆流清洗系统，Milestone；

Acid 6 全自动加液仪，莱伯泰科；

MiniLab 3000 液体处理平台，莱伯泰科；

Ethos UP 微波消解系统，Milestone；

LabMS 3000 电感耦合等离子体质谱仪，莱伯泰科；



### 2. 标准溶液配制

使用 MiniLab3000 全自动液体处理平台进行标准溶液的配制，设置程序，仪器自动配置 0.0, 1.0, 2.0, 10.0, 50.0, 100.0 ug/L 的标准工作曲线。

### 3. 样品前处理

3.1 把相应的硝酸和盐酸导入到 subCLEAN 高纯酸制备系统中，运行相应程序，得到纯化好酸。将需要清洗的消解罐放入到 TraceCLEAN 酸逆流清洗系统中，运行相应程序，等待程序运行结束，再将清洗好的罐体拿出。

3.2 称取  $0.1 \pm 0.001$ g 试样置于消解罐中，加入硫酸，硝酸，氢氟酸，装填到微波转子中，运行微波程序。

表 1 微波程序

步骤	时间	温度	功率
Step1	5min	180°C	1800W
Step2	10min	180°C	1800W
Step3	5min	220°C	1800W
Step4	40min	220°C	1800W

3.3 微波运行结束，首先在赶酸器中将氢氟酸彻底赶掉，再将剩余溶液转移到锥形瓶中，放到高温电热板中继续加热消解，此过程中会出现冒大白烟现象，此时立刻加 2-3ml 浓硝酸溶液，多次反复加入，大约持续 1 个小时，最后加入 2mL 硝酸，用蒸馏水提取，定容到 50mL 聚丙烯管中。等待上机检测。

#### 4. ICP-MS 仪器条件

表 2 质谱仪条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
RF 功率 (W)	1150	碰撞气流速 (L/min)	3.7
等离子体气流量 (L/min)	11.5	泵速 (rpm)	40
辅助气流量 (L/min)	0.8	雾化器 / 雾化室类型	高盐 / 旋流雾室
载气流速 (L/min)	0.95	采样 / 截取锥材质	铂

### 5. 结论

#### 5.1 标准曲线

用 MiniLab 3000 配置的标准曲线，曲线方程及线性相关系数

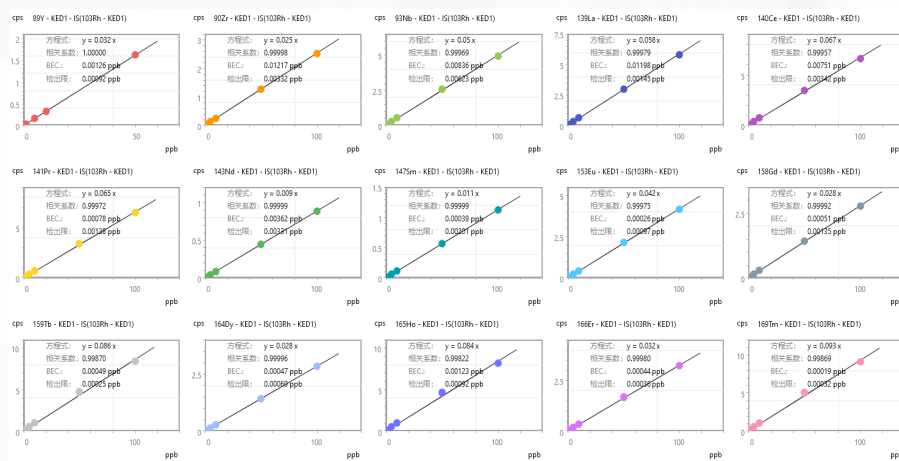


图 1 标准曲线

#### 5.2 准确性、精密度

通过莱伯泰科消解仪消解样品、稀土元素的加标回收率在 95 ~ 104%。方法的精密度 RSD 在 0.21 ~ 3.1%。

## 6. 方案特点

Milestone 微波消解仪解决了煤矸石的快速消解。消解效果完全。稀土元素本身很难消解掉，但是通过微波的程序化升温，密闭性良好，温度均一性良好等特点可以快速的将稀土元素消解掉。在配备上赶酸器，让实验分析变得更方便，简洁。通过高性能的莱伯泰科 Lab MS 3000 质谱仪作为最终检测手段，使检测结果一致性良好，重现性高。

参考文献：1，岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析 [M]. 北京：地质出版社，1991：1-58

2，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仪 [S].

3，高压密闭消解 - 电感耦合等离子体质谱仪测定海水沉积物中稀土元素

4，黄慧萍，李艳玲，陶德刚，熊采华，方金东. 电感耦合等离子体质谱法测定铬铁矿单矿物痕量稀土元素 [J]. 冶金分析，2005，25（6）：42-45.

5，林立，陈光，陈玉红. 电感耦合等离子体质谱法测定茶叶中的 16 种稀土元素 [J]. 环境化学，2007，26（4）：555-558.

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司  
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号  
邮编: 101312  
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4  
传真: 010-80486354  
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号