

利用 iQuad 2300 ICP-MS 分析地矿样品的多种元素

作者 黄泽超 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

使用 KED 模式对地矿样品中铅、镉、砷、汞、钡、钴、钼、铈元素定量分析



前言

在采矿与加工的各个阶段，均需确立元素构成及基础金属矿石的品位。此过程对于前期勘探阶段判断矿石开采的可行性至关重要，同时也被应用于矿石的浓度分析之中。基础金属浓度的测定需要依赖具备高度精确性和准确性的技术，并能够高效地产生及管理源自大量样本的分析数据。因此，在矿产样品的分析工作中，对于样品的处理通量及稳定性方面同样寄予了极高的期望。

此外，矿石样品的等级往往涵盖了极为宽泛的浓度范畴。在实际操作中，常会遇到含量高达百分之几十的分析元素与含量低至百万分之几的分析元素并存的情况。例如，含有 40%铜的样品并不罕见。正因如此，任何应用于矿产分析中的分析技术，都必须具备处理这种宽浓度范围样本的能力。

本文参照国家标准 GB/T 6730.81-2020，使用屹尧科技生产的 TOPEX+微波消解仪对样品消解，并利

用 衡昇质谱生产的 2300 ICPMS，一次进样，实现了高通量，稳定，准确分析。

实验部分

样品和试剂

所使用样品均由客户提供。

标样

使中国计量科学研究院的铅、镉、砷、汞、钡、钴、钼、铈 8 种单标，

使用 2 % (v/v) 硝酸溶液由中国计量科学研究院制得含 Ge、Rh、Re 的内标 (ISTD)溶液。

样品前处理

将样品粉碎后混匀，移取样品 0.1g 3 份，于消解罐中，加入 2.5 mL 硝酸，7ml 盐酸，1ml 氢氟酸，经微波消解后（升温程序见表 1），转移消解液至 50mL 容量瓶中，用水清洗消解罐 2~3 次，合并清洗液至样品消解液中，用水定容，作为溶液，供仪器检测。

表 1. 微波消解仪升温程序

温度 (°C)	升温时间 (min)	保留时间 (min)
120	0	2
150	0	2
170	0	2
190	0	35

仪器

使用标准 iQuad 2300 ICP-MS A 型（衡昇质谱）进行分析。使用 KED 模式去除质谱干扰。

使用 ICP-MS 软件内的自动调谐功能对 ICP-MS 进行优化。所用仪器运行条件及各元素电子稀释参数如表 2 所示。

表 2 2300 ICP-MS 运行条件

参数	设置
RF 功率 (W)	1500
采样深度 (mm)	2
雾化器气体 (L/min)	1.074
雾化器	PFA雾化器
雾室	PFA雾化室
氦气流速 (mL/min)	4.60
测量模式	KED模式

表 3. 电子稀释参数设置

元素名称	内标	电子稀释参数
Co	Ge	-0.40
As	Ge	-0.48
Mo	Rh	-0.45
Cd	Rh	-0.50

Ba	Rh	-0.40
Hg	Re	-0.50
Tl	Re	-0.43
Pb	Re	-0.42

结果与讨论

校准曲线

图 1 显示了各元素的线性校准曲线。

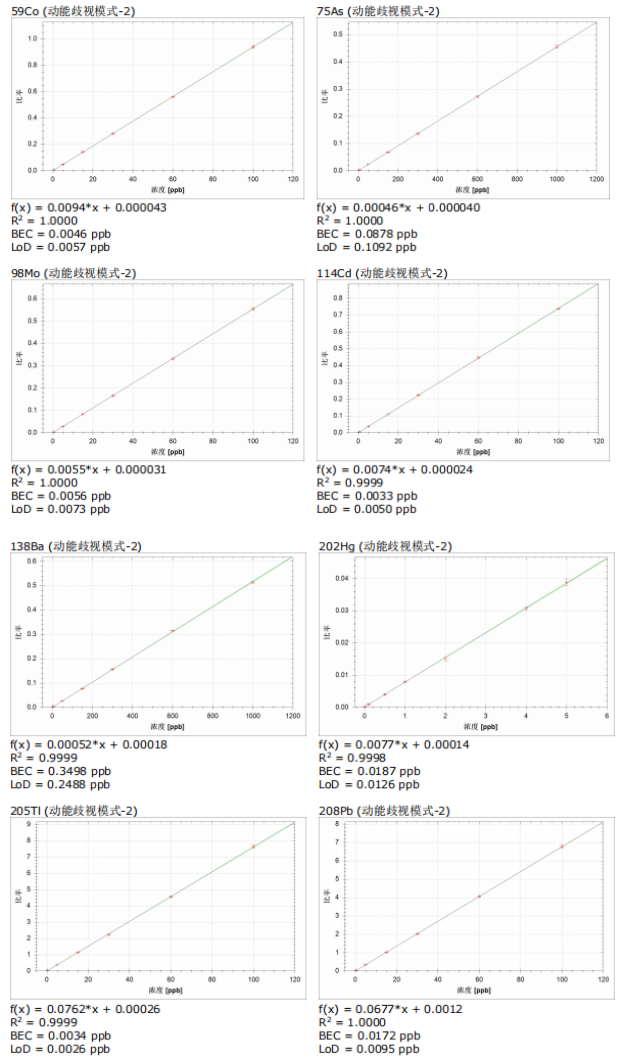


图 1. 标准曲线

加标回收率测试

为检查该方法在实际样品分析中的准确度，在实际样品中对各元素进行高、中、低三浓度加标回收率测试，如表 4 所列。各种浓度下所有元素的回收率均处于 90%–104% 范围内，表明 2300 ICP-MS 能够以良好的准确度对所有这些元素进行分析。

表 4. 各种浓度下所有元素的回收率

	加标量(mg/kg)			加标回收率 (%)		
	A	B	C	A	B	C
Co	2	5	10	90	92	98
As	5	10	20	91	95	99
Mo	0.1	1	2	94	97	104
Cd	0.025	0.05	0.1	92	96	99
Ba	10	20	30	95	97	98
Hg	0.05	0.1	0.2	91	93	91
Tl	0.025	0.05	0.1	98	96	100
Pb	1	2	5	96	97	101

结论

衡昇质谱生产的电感耦合等离子体质谱仪（iQuad 2300）系列采用独特的电子稀释技术，可在恒定流量条件下有效消除多原子离子干扰，并智能识别不同元素的质谱干扰差异，从而实现精准、差异化的干扰抑制效果，可简便快速有效的检测此类样品中的铅、镉、砷、汞、钡、钴、钼元素。

参考文献

GBT6730.81-2020 铁矿石 多种微量元素含量的测定 电感耦合等离子体测定方法