

解决方案|ICP 法测定乌兰茶晶石中 15 种稀土元素

乌兰茶晶石发现于内蒙古塞外小城乌兰察布市化德县的长顺镇西嘉卜寺花岗岩（饰面石材）矿中，该矿历史悠久，时间长达大概 2.6 亿年。研究发现矿体中含有丰富的微量元素，目前共有 60 余种元素被发现，其中包括 15 种稀土元素和 10 余种具有促进植物生长的营养性元素。乌兰茶晶石作为功能性陶瓷原料、建材类彩砂和生态矿物肥被广泛应用。2021 年中央广播电视总台春节联欢晚会推出的“福牛春碗”的制瓷原料就是乌兰茶晶石。

测定矿物中的铈（Ce）、镝（Dy）、钇（Y）、镱（Yb）、镧（La）、镨（Pr）、钕（Nd）、钐（Sm）、铕（Eu）、钆（Gd）、铽（Tb）、铥（Ho）、铒（Er）、铥（Tm）、镱（Lu）15 种稀土元素常用分析方法有分光光度法、电感耦合等离子体发射光谱法（ICP）、电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）等。本文参考 GB/T14506.30-2010《硅酸盐岩石化学分析方法第 30 部分：44 个元素量测定》，建立通过微波消解对样品进行前处理，利用 ICP 法测定乌兰茶晶石中 15 种稀土元素含量的方法，样品测试证明：该方法操作简单、具有较高的准确度，可供相关人员参考。

实验部分

仪器与试剂

ICP-7760HP 型全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪

HF；

HNO₃;

15 种稀土元素标准物质。

实验条件

元素	波长 (nm)	RF 功率 (w)	载气流量 (L/min)	辅气流量 (L/min)	等离子气 (L/min)	PMT 电压 (V)
Ce	413.3800	1000	0.8	0.00	13.4	200
Dy	353.1700					
Er	326.4780					
Eu	381.9670					
Gd	336.2230					
Ho	345.6000					
La	394.9100					
Lu	261.5420					
Nd	401.2250					
Pr	414.3110					
Sm	359.2600					
Tb	350.9170					
Tm	313.1260					
Y	371.0300					
Yb	328.9370					

样品前处理

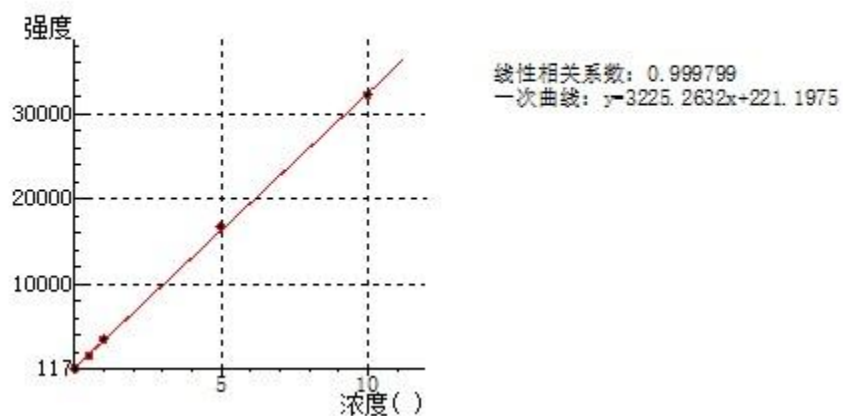
称取 0.1 g 试料于封闭溶样器的内罐中，加入 5 mL HF 和 2.5 mL HNO₃ 密封，将溶样器放入烘箱中，加热 24 h，温度控制在 185±5℃。冷却后取出内罐，置于电热板上加热蒸至近干，再加入 0.5 mL HNO₃ 蒸发近干，重复操作此步骤一次。加入 5 mL HNO₃ (1+1) 再次密封，放入烘箱中 130℃ 加热 3 h，冷却后转移至塑料瓶中，定容至 25 mL，摇匀测定。

实验结果

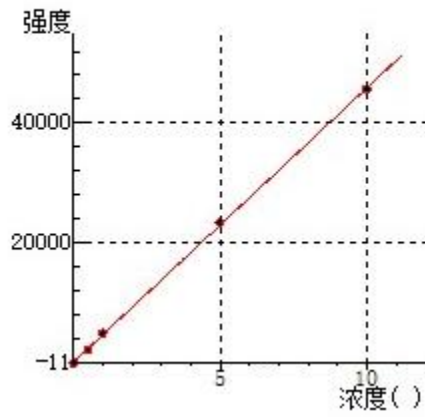
标准曲线

配置浓度分别为 0.00、0.05、1.00、5.00、10.00 mg/L 15 种稀土元素的标准溶液，依次按照实验条件上机测试，绘制标准曲线。

Ce元素-413.3800

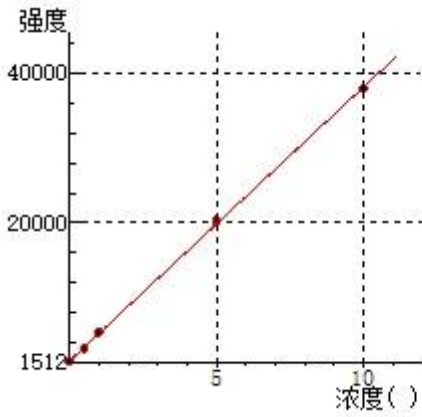


Dy元素-353.1700



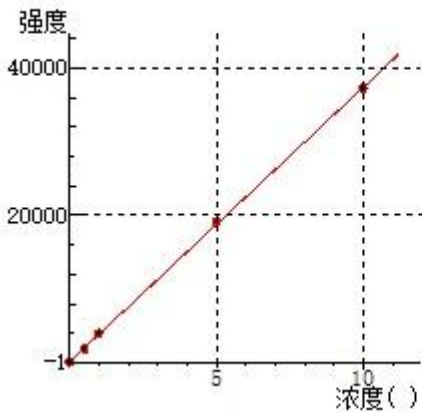
线性相关系数: 0.999899
一次曲线: $y=4573.8721x+151.1217$

Er元素-326.4780



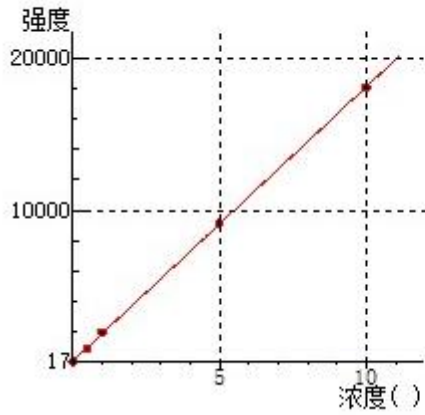
线性相关系数: 0.999843
一次曲线: $y=3646.4402x+1642.5797$

Eu元素-381.9670



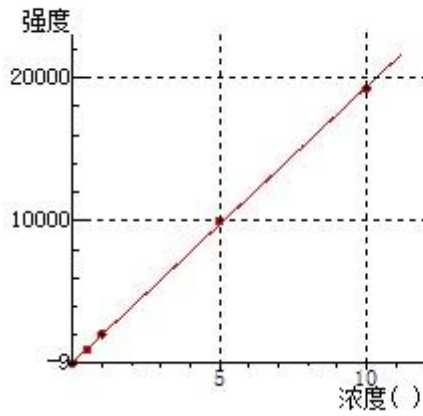
线性相关系数: 0.999899
一次曲线: $y=3731.5891x+102.5553$

Gd元素-336.2230



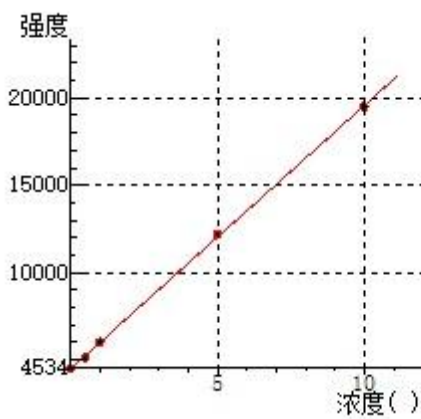
线性相关系数: 0.999964
一次曲线: $y=1805.3785x+55.0171$

Hb元素-345.6000



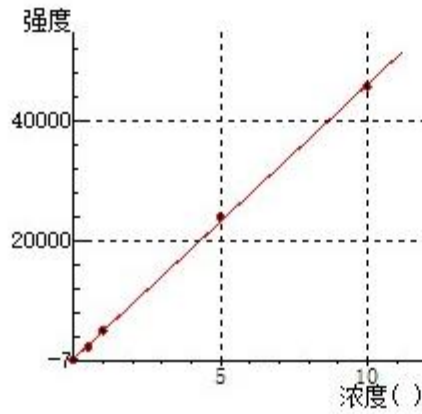
线性相关系数: 0.999813
一次曲线: $y=1931.4009x+65.5435$

La元素-394.9100



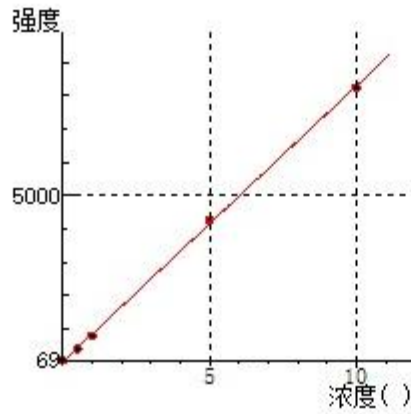
线性相关系数: 0.999857
一次曲线: $y=1506.4023x+4510.7046$

Lu元素-261.5420



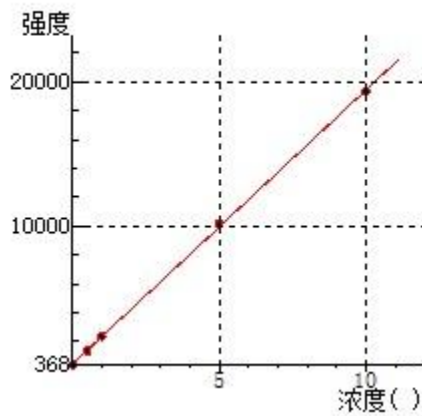
线性相关系数: 0.999732
一次曲线: $y=4583.6846x+232.8404$

Nd元素-401.2250



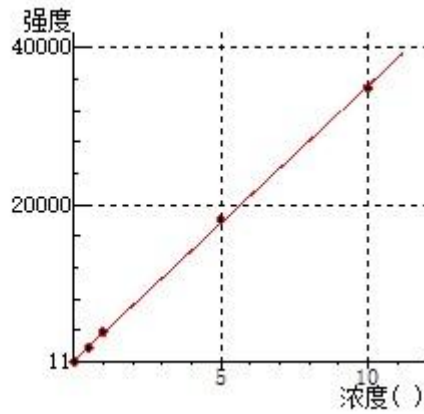
线性相关系数: 0.999786
一次曲线: $y=825.6758x+33.8699$

Pr元素-414.3110



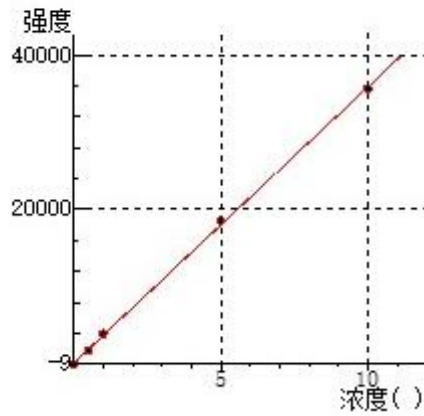
线性相关系数: 0.999849
一次曲线: $y=1901.0746x+424.1865$

Sa元素-359.2600



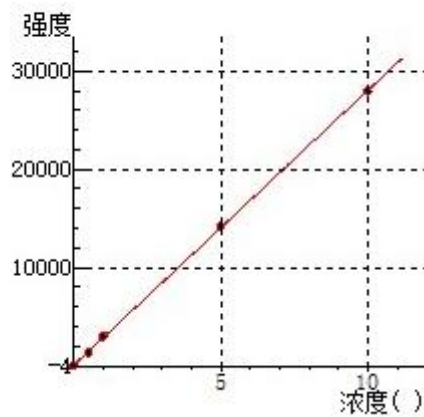
线性相关系数: 0.999811
一次曲线: $y=3490.6985x+191.8610$

Tb元素-350.9170



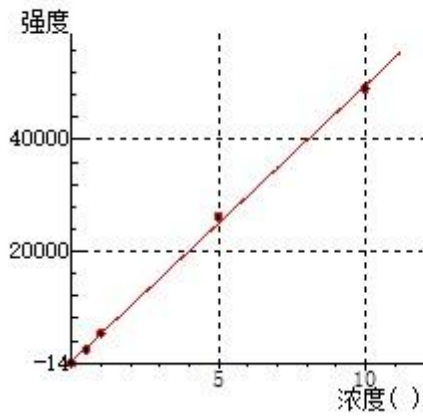
线性相关系数: 0.999787
一次曲线: $y=3569.0605x+162.4001$

La元素-313.1260



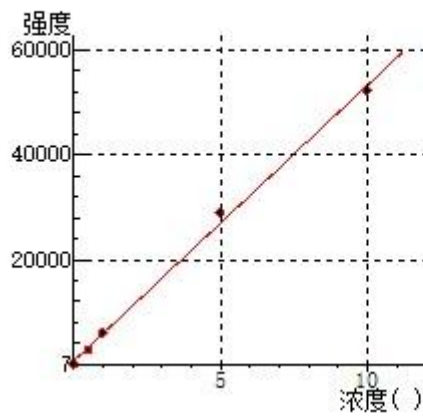
线性相关系数: 0.999943
一次曲线: $y=2795.2073x+72.2817$

Y元素-371.0300



线性相关系数: 0.999427
一次曲线: $y=4934.2480x+337.2477$

Yb元素-328.9370



线性相关系数: 0.998589
一次曲线: $y=5267.6025x+637.2780$

样品测试

将处理好的样品按照实验条件取适量上机检测，检测结果如下：

单位: mg/kg (ppm)

元素	含量
Ce	99.6034
Dy	3.6922
Yb	3.5485
Y	27.0323
La	未检出
Er	
Eu	
Gd	
Ho	
Lu	
Nd	
Pr	
Sm	
Tb	
Tm	

实验总结

本文参考 GB/T14506.30-2010《硅酸盐岩石化学分析方法第 30 部分：44 个元素量测定》，试验研究了用微波消解乌兰茶晶石样品和优化 ICP 的分析条件，

建立了ICP法测定乌兰茶晶石中15种稀土元素含量的方法。本法具有操作简便、线性范围宽、准确度好等优点，可用于乌兰茶晶石乃至其它岩石矿物中稀土元素的测定。