

锂云母中四种轻金属的检测

摘要

本方案参考《岩矿分析》建立了一种利用 ETHOS UP 微波消解系统消解，ED16 赶酸器进行赶酸，电感耦合等离子体发射光谱仪进行锂云母中 4 种轻金属的检测分析方法。

该方案可以实现程序升温自动化消解，消解方法简单易操作，有效避免和减少试剂挥发对分析人员造成的健康危害。微波消解为高压密闭式消解可减少试剂使用量、减少人为误差、减少外界环境中带来的金属污染问题。检测结果证明使用莱伯泰科的微波消解仪，具有方法简单易操作、检测准确性好、精密度高，可以实现消解岩矿类样品全程自动化消解的检测。

关键词：

锂云母 岩矿 轻金属 微波消解仪 赶酸器

1. 仪器设备

TraceCLEAN 酸逆流清洗系统，Milestone；

MiniLab 3000 液体处理平台，莱伯泰科；

ETHOS UP 微波消解系统，Milestone；

ED16 赶酸器，莱伯泰科；

iCAP 7000 电感耦合等离子体发射光谱仪，Thermo；



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 2% 硝酸的混合标准系列 (Li、Na、K、Ca)：溶液浓度分别为 0.0、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 mg/L。

3. 样品前处理

3.1 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 $0.1 \pm 0.0001\text{g}$ 样品放到消解罐中，使用加液仪依次加入磷酸，硫酸，氢氟酸，盖上盖子，运行微波程序：

表 1 微波消解升温程序

步骤	时间	温度	功率
Step1	5 min	150°C	1800W
Step2	10 min	150°C	1800W
Step3	5 min	180°C	1800W
Step4	15 min	180°C	1800W
Step5	20 min	230°C	1800W
Step6	50 min	230°C	1800W

3.3 待消解结束后冷却到 40 度以下，打开消解罐，得到澄清溶液。于 ED16 赶酸器上 180°C 赶酸 40min，赶去氢氟酸，取下冷却至室温，加水定容至 50mL，待测。

4. ICP-OES 仪器条件

表 2 ICP-OES 参数

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
RF 功率 (W)	1300	控温雾化室 (°C)	10
等离子体气流量 (L/min)	13.0	测定模式	自动观测
辅助气流量 (L/min)	1.2	雾化气 (L/min)	0.98
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见表 3。

表 3 四种目标元素校准曲线

序号	目标元素	校准方程	r
1	锂	$y=9.33 \times 10^9 x + 2.99 \times 10^7$	0.9998
2	钾	$y=5.24 \times 10^8 x - 9.31 \times 10^7$	0.9998
3	钠	$y=1.82 \times 10^9 x + 3.33 \times 10^8$	0.9998
4	钙	$y=9.26 \times 10^8 x + 5.04 \times 10^7$	0.9998

5.2 消解效果、精密度

通过莱伯泰科 ETHOS UP 微波消解仪消解，ED 16 进行赶酸，处理锂云母类岩矿样品，能够达到完全消解至澄清透明溶液，经 ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱仪进行检测分析锂云母中四种轻金属，各元素 RSD 在 0.5 ~ 1.7%。

6. 方案特点

ETHOS UP 微波消解仪消解可实现批量样品同时消解，消解温度能够达到 230°C 以上，配备 ED16 赶酸器进行消解后的赶酸。消解过程中无需人员复杂操作，减少实验人员工作量，有效避免和减少试剂对分析人员造成的健康危害，微波消解为高压密闭式消解可减少试剂使用量、减少人为误差、减少外界环境中带来的金属污染问题。该方案使用莱伯泰科的微波消解仪及赶酸器前处理，具有方法简单易操作、消解效果好、精密度高，可以实现岩矿类样品消解和检测。

参考文献：1，《岩矿分析》

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