

石英包裹体中液相成分的测定

陶恭益^①

地质矿产部矿床地质研究所 北京 100037

摘要 文章简要介绍了石英包裹体样品的清洗、打开、成分的提取过程,列出采用离子色谱、原子吸收、感耦等离子体发射光谱、感耦等离子体质谱法测定液相各成分的流程及部分分析结果。

关键词 包裹体 液相成分 试样预处理 分析方法

矿物包裹体是原始成矿溶液的样品,它有效地保存了大量有关主矿物形成时周围岩浆介质或成矿溶液的物理化学信息。因而成分分析可为成岩、成矿机理和矿床成因研究提供有意义的资料。由于矿物中气-液包裹体非常小,一般直径 $1\sim 10\ \mu\text{m}$,所含物质约为 $10^{-12}\sim 10^{-9}\text{ g}$,包裹体液相水溶液中含盐质量分数在 $0\sim 60\%$,其中主要含有 F^- 、 Cl^- 、 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和 H_2O 等。要测定如此痕量的成分有一定的困难。十多年来,作者经过不断摸索和实践,建立起一套石英包裹体液相成分分析方法,即酸洗-热爆(或研磨)-超声波(纯水或酸)提取-HPIC或AAS、ICP-AES、ICP-MS测定50种成分的方法,并取得良好的效果,为多项地学科研及相关应用领域提供了十余万个分析数据。

矿物包裹体成分分析可分为气相、液相、固相以及同位素分析,从试样分类看有群体包裹体分析、单个包裹体破坏性分析、单个包裹体非破坏性分析。本文采用群体包裹体分析,即从许多包裹体中提取成分进行分析。本文着重介绍了试样的预处理、测定方法和部分典型结果。

1 实验部分

1.1 样品的要求

纯度:98%以上的石英单矿物。

粒度: $0.2\sim 0.3\text{ mm}$ 。

重量: $5\sim 10\text{ g}$ 。

1.2 样品的清洗

将纯度、粒度符合要求的石英单矿物样品置于烧杯中,用纯水浸泡、加入10%王水,将烧杯置于沸水浴上加热数小时,取下。倾去酸液并用纯水清洗,洗至洗涤液电导与纯水电导一致,纯水浸泡过夜。倾去浸泡液,加入纯水,用超声波清洗器超声清洗样品数分钟,立即抽滤,并用纯水洗涤数次,样品置于瓷皿中,于 100°C 以下烘干,放入干燥器中保存备用。

1.3 包裹体的打开和液相成分的提取

1.3.1 研磨-超声波法

取适量已处理好的样品于玛瑙研钵中研磨半小时以上,使成很细的粉末,粒度在 0.04 mm 以下。

称取一定重量研细的样品于石英烧杯中,加入适量的纯水,将烧杯置于超声波清洗器中,超声浸取 10 min 。取出烧杯,立即将提取液倒入离心管中高速离心分离。如此反复浸取、离心3次,将离心液合并,制成一定体积的样品溶液。再继续浸取、离心3次,合

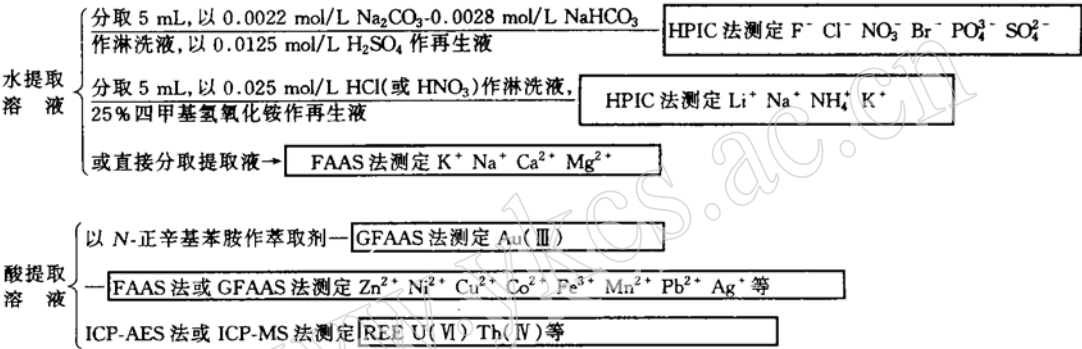
① 陶恭益 男,高级工程师,长期从事包裹体分析技术研究。

并离心液制成相同体积的空白溶液。

1.3.2 爆裂-超声波法

称取适量已清洗好的样品于瓷皿中, 加盖并放入马弗炉中, 逐渐升温至 400℃ ~ 500℃ (根据样品爆裂温度来定) 灼烧半小时, 使包裹体充分爆裂。取出瓷皿并将样品转入石英烧杯中, 加适量纯水。以下按 1.3.1 节法提取液相成分。

1.3.3 酸提取法



水的测定流程是: 称取 10 g 试样, 热爆裂, $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ 作吸收剂, 重量法测定 H_2O 。

另外, 称取 5~10 g 样品经 30 min 研磨, 水提取, 用 0.01 mol/L HCl 滴定完成 CO_3^{2-} 和 HCO_3^- 的测定。

2 样品测定结果

按实验部分进行样品的预处理和选择测定方法进行分析, 代表结果分别列于表 1 和表 2 中。

表 1 样品测定结果		$w_B/10^{-6}$		
待测组分	测定结果			
	93086	93088	93091	
F^-	0.318	0.869	0.069	
Cl^-	8.959	1.395	8.475	
SO_4^{2-}	2.880	1.182	0.756	
NO_3^-	0	0	0	
Br^-	0	0	0	

续表 1(1)

待测组分	测定结果		
	93086	93088	93091
PO_4^{3-}	0	0	0
HCO_3^-	8.542	5.492	1.831
CO_3^{2-}	0	0	0
Na	6.359	1.432	4.808
K	1.600	2.274	1.313
Ca	0	0	0
Mg	0.025	0.017	0
Fe	-	-	4.040
Au	<0.001	0	0.002
Li	0.110	0.350	0.207
Cr	0.157	0.063	0.150
Mn	3.692	-	0.156
Co	0.009	0.004	<0.001
Ni	0.120	0.038	0.038
Cu	0.185	5.052	0.057
Zn	0.991	1.257	0.789
Rb	0.018	0.754	0.018
Sr	0.326	0.044	0.031
Y	0.019	0.170	<0.001

续表 1(2)

待测组分	测定结果		
	93086	93088	93091
Mo	0.006	0.055	0.034
Cd	0.003	0.034	<0.001
Cs	0.022	0.058	0.010
Ba	6.114	0.308	0.134
La	0.053	0.508	0.004
Ce	0.114	1.097	0.008
Pr	0.015	0.177	<0.001
Nd	0.046	0.438	0.002
Sm	0.018	0.168	<0.001
Eu	<0.001	<0.001	<0.001
Gd	0.013	0.059	<0.001
Tb	<0.001	0.009	<0.001
Dy	<0.001	0.040	<0.001
Ho	<0.001	0.015	<0.001
Er	<0.001	0.019	<0.001
Tm	<0.001	0.004	<0.001
Yb	<0.001	0.028	<0.001
Lu	<0.001	0.004	<0.001
W	0.203	6.316	0.273
Pb	0.363	0.588	0.521
Bi	0.003	0.103	0.004
Th	<0.001	0.272	<0.001
U	<0.001	0.147	<0.001

表 2 HPIC 法测定样品中阴、阳离子的结果

待测组分	测定结果		
	84001	84002	84003
F ⁻	0.012	0.018	0.016
Cl ⁻	0.300	0.360	1.550
SO ₄ ²⁻	10.68	26.82	15.25
NO ₃ ⁻	0	0	0
Br ⁻	0	0	0
PO ₄ ³⁻	0	0	0
K ⁺	0.420	1.260	1.230
Na ⁺	2.280	5.400	4.530
Li ⁺	0.040	0.180	0.110
NH ₄ ⁺	0.030	3.060	0.430
Ca ²⁺	0.430	0.220	0.830
Mg ²⁺	0.020	0.020	0.040
H ₂ O	141.00	709.00	242.00

* 火焰 AAS 法, ** 重量法。

① 由于研磨法打开包裹体时样品研磨得很细,会引起两个方面的误差:样品很细,单位面积增大,在溶液中离子吸附量也增加,从而影响分析结果;当样品研得很细时,矿物中的固体包裹体和包在矿物中的其他微小矿物会与包裹体中液相成分一起被提取,也会给结果带来误差。因此,用研磨法打开包裹体后采用超声波-水提取法以降低分析误差。

② 用热爆法打开包裹体,可避免由于离子吸附及微小矿物杂质污染物而引起的误差,并可根据爆裂温度的不同进行包裹体成分的分期测定。但热爆法对含硫矿物中包裹体成分的测定有一定的影响,因为在高温爆裂打开样品时硫会被氧化变成 SO₄²⁻,使分析结果偏高。

③ 由于石英包裹体中液相成分含量甚微,为减少误差要对样品的纯度、粒度和重量有严格的要求。

④ 重量分析法测定水后的样品,可用于液相成分分析。

⑤ 目前在群体包裹体成分分析中,由于样品中包裹体数量无法确定,只能用样品重量作为最后计算单位,还由于无标准样品和统一分析方法,也无统一结果的表示和误差。因而进行各种对照有一定的困难。

4 参考文献

1 张振森,陶恭益. 离子色谱原理. 北京:北京大学出版社, 1990. 108~131.

2 陶恭益,陈友伟. 石墨炉原子吸收法测定矿物包裹体中超痕量金. 矿物岩石. 1989,9(1):123.

3 岩石矿物分析编写小组. 岩石矿物分析(第二册). 第3版, 北京:地质出版社, 1991. 232.

4 尹明,符廷发,袁玄晖. 感耦等离子体质谱法测定地质样品中痕量稀土元素的研究. 岩矿测试. 1989,8(2): 81.

5 魏家秀,马秀娟,程莱仙,等. 矿物包裹体及其温度、盐度、气液相成分的测定. 国外矿床地质. 1986(增刊): 173.

3 讨论

(收稿日期:1995-02-24,修回日期:1995-07-10)

Determination of Liquid Compositions in Quartz Inclusion

Tao Gongyi

(Institute of Mineral Deposits, Chinese Academy of Geological Sciences, Beijing, 100037)

In this paper, a method for pretreatment of quartz inclusion samples are discussed and liquid compositions in quartz inclusion are determined by ion chromatography, atomic absorption spectrometry, inductively coupled plasma emission spectrometry and inductively coupled plasma mass spectrometry with satisfactory results.

Key words: inclusion, liquid composition, sample pretreatment, analytical method

第3届计算机在分析测试中的应用技术交流会 征文通知

为了加强分析测试领域计算机用户之间的交流,总结八五期间计算机在分析测试技术中的应用经验,力争在九五期间提高计算机应用水平,取得更大成果,特向用户征文。

1. 征文范围

- 计算机在分析测试中应用的现状和发展方向
- 化学计量学
- 计算机在研制和改造引进仪器设备中的应用
- 实验室计算机信息网络的建设和应用
- 硬软件接口技术
- 分析化学数据库开发和应用

2. 征文截止日期 1996 年 8 月 30 日。

3. 为有利于编辑论文集,请作者同时提交论文摘要、全文的打印稿和软盘各一份。

4. 会议时间 1996 年第 4 季度,地点、具体日期,另行通知。

5. 欢迎厂家公司到会介绍分析仪器设备,并提供展示场地。

6. 征文请寄:北京西城区百万庄路 26 号 地矿部岩矿测试技术研究所

吴晓军

收

邮编: 100037

电话: 8352872

中国光谱学会

地质实验计算机用户协会

中国地质学会

1996 年 4 月