

FHZDZTR0142 土壤 全硼与铝 钛 铁 锰 镁 钙 钠 钾 铷 镓 钒 铜 镍 锌 锂 钴 铬 铈 钐 镧 铈 钇 锆 锑 钽等 27 个元素的测定 ICP 多道直读光谱法

F-HZ-DZ-TR-0142

土壤—全硼与其它微量及常量元素铝、钛、铁等 27 个元素的测定—ICP 多道直读光谱法

1 范围

本方法适用于土壤和沉积物中全硼与其它微量及常量元素的测定。测定元素为硼，铝，钛，铁，锰，镁，钙，钠，钾，铷，镓，钒，铜，镍，锌，锂，钴，铬，铈，钐，镧，铈，钇，锆，锑，钽 27 个元素。

2 原理

用电感耦合等离子体（ICP）作激发光源，借助 ICP 光源检出限低，线性动态范围宽的特点；用氢氟酸，硝酸，高氯酸，磷酸消化样品。在磷酸的作用下，避免了硼在消化过程中的挥发损失，在酸性溶液中同时测定 27 个元素。

3 试剂和材料

3.1 氢氟酸（ ρ 约 1.15g/mL），优级纯。

3.2 硝酸（ ρ 约 1.42g/mL），优级纯。

3.3 高氯酸（ ρ 约 1.67g/mL），优级纯。

3.4 磷酸（ ρ 约 1.69g/mL），优级纯。

3.5 铂金坩埚。

3.6 亚沸蒸馏水。

4 仪器

4.1 ICP-AES 多道直读光谱仪。

4.2 射频发生器：输出功率 1100W，反向功率<5W。

4.3 进样系统：冷却气流量（氩）13L/min，载气流量（氩）0.65L/min，试液提升量 1.8mL/min，观测高度 14cm，曝光时间 7s，曝光次数 2 次。

5 试样的制备

将试样粉碎至粒度 150 μ m—74 μ m，在干净的房间风干。称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 试样溶液的制备

称取 0.1g 土样（精确至 0.0001g）于铂金坩埚中，用亚沸水润湿，加入 7mL 氢氟酸，1mL 硝酸，1mL 磷酸，在电热板上加热分解样品，蒸至粘稠状，取下坩埚，冷却后加入 5mL 氢氟酸，2mL 高氯酸（消化酸加入量，视样品分解难易酌情掌握）。继续蒸至粘稠状，取下坩埚，加入约 2mL 亚沸水，加热溶解残渣至溶液清亮，取下坩埚，冷却后转移至 25mL 容量瓶中定容，摇匀后立即倒入聚乙烯小瓶中测定。

6.2 标准溶液的配制

用光谱纯试剂分别配制 1mg/mL 的贮备液。然后分组配制成表 1 的含量。

6.3 分析元素谱线

按照 J-A ICP 9000 型多道直读光谱仪所设定的元素谱线。

6.4 基体元素的干扰校正

采用人工基体匹配与光谱干扰校正相结合的方法消除基体元素对微量元素的光谱干扰。

表 1 标准溶液的分组及含量

| 标样 | 基体 | 分析元素分组及含量 (氧化物 g · L ⁻¹ , 元素 mg · L ⁻¹) |
|--------------|-----------------|---|
| 标 1 (低标) | 亚沸水配制的硝酸 (5+95) | Ba,Sr,V,Ni,Cu,Zn,Co,Cr,Ce,Y,Yb,La,Li,Sc,Sn,Nb,Rb,Ga,B 含量为零 |
| 标 2 (低标) | 亚沸水配制的硝酸 (5+95) | Al ₂ O ₃ 0.025, Fe ₂ O ₃ 0.0184, CaO 0.02, MgO 0.006, K ₂ O 0.010, Na ₂ O 0.008, TiO ₂ 0.004, MnO 0.0036 |
| 标 3 (高标) | 人工模拟土壤标样① | Al ₂ O ₃ 0.00364, Fe ₂ O ₃ 0.0180, Na ₂ O 0.064, TiO ₂ 0.044, Li 4, Ni 4, Cr 8 |
| 标 4 (高标) | 人工模拟土壤标样 | CaO 0.140, MgO 0.100, K ₂ O 0.088, MnO 0.034, Cu 8, Zn 8, Co 4, Ba 16, Sr 8 |
| 标 5 (高标) | 人工模拟土壤标样 | B 10 |
| 标 6 (高标) | 人工模拟土壤标样 | V 6, Nb 6, La 4, Ce 8, Y 4 |
| 标 7 (高标) | 人工模拟土壤标样 | Rb 20 |
| 标 8 GBW07304 | 水系沉积物标样 | Ga 0.076, Yb 0.012, Sc 0.045, Sn 0.016 |

① 是人工模拟土壤标样含量: Al₂O₃ 91.0, Fe₂O₃ 45.0, MnO 8.5, Na₂O 16.0, TiO₂ 11.0, CaO 35.0, MgO 25.0, K₂O 22.0 (g · Kg⁻¹)。

表 2 干扰元素谱线的校正系数①

| 待测元素 | 波长 (nm) | 干扰元素 | 波长 (nm) | 校正系数 (K) |
|------|---------|------|---------|-------------------------|
| B | 249.68 | Fe | 249.65 | 6.52 × 10 ⁻⁴ |
| B | 249.68 | Cr | 249.63 | 1.03 × 10 ⁻⁴ |
| Cu | 324.75 | Fe | 324.74 | 1.80 × 10 ⁻⁴ |
| Zn | 213.85 | Fe | 213.86 | 2.24 × 10 ⁻⁴ |
| Cr | 267.72 | Fe | 267.69 | 3.94 × 10 ⁻⁴ |
| Co | 228.62 | Fe | 228.72 | 1.70 × 10 ⁻⁴ |
| Ni | 231.60 | Fe | 231.74 | 3.07 × 10 ⁻⁴ |
| Nb | 319.49 | Fe | 319.38 | 1.12 × 10 ⁻⁴ |
| Nb | 319.49 | Ca | 319.38 | 1.01 × 10 ⁻⁴ |
| La | 333.75 | Fe | 333.77 | 5.0 × 10 ⁻⁴ |
| W | 292.40 | Fe | 292.38 | 1.49 × 10 ⁻⁴ |

① 校正系数 (K) = 干扰元素相当分析元素表现的浓度 / 干扰元素的浓度 × (30~40) %。

7 结果计算

将测出各元素的结果, 按下式进行水份校正。

$$w(x) = \frac{\rho}{m \times K}$$

w(x)——某个被测出元素的质量分数, μg/g。

ρ——测出元素的质量浓度, μg/g。

m——测定试样的质量, g。

K——水份系数。

8 精密度

取 GBW07405 标样平行测定 7 次，各元素的 RSD% 值见表 3。

表 3 各元素的精密度

| 分析元素 | RSD% | 分析元素 | RSD% | 分析元素 | RSD% | 分析元素 | RSD% |
|--------------------------------|------|------------------|------|------|------|------|------|
| Al ₂ O ₃ | 0.79 | K ₂ O | 0.84 | Ni | 2.97 | Yb | 2.27 |
| TiO ₂ | 2.71 | Rb | 6.50 | Zn | 0.53 | Nb | 1.62 |
| Fe ₂ O ₃ | 1.30 | Ga | 2.25 | Li | 0.76 | Y | 1.68 |
| MnO | 1.84 | Sr | 3.63 | Co | 1.95 | Sc | 2.85 |
| CaO | 1.13 | Ba | 1.13 | Cr | 3.29 | La | 5.62 |
| MgO | 1.49 | V | 1.49 | Ce | 1.81 | Zr | 1.43 |
| Na ₂ O | 1.41 | Cu | 2.56 | B | 4.23 | | |

9 参考文献

- [1] 陈超子、杨京蓉. ICP-AES 同时测定土壤和沉积物中全硼与其它微量及常量元素. 光谱实验室, 1995, 12, 5, 19.