

**F-HZ-DZ-TR-0144**

土壤—稀土元素的测定—ICP 单道扫描直读光谱法

1 范围

本方法适用于地质样品，土壤样品中微量稀土元素的测定。校准曲线范围为 ( $\mu\text{g/g}$ ): La1~20, Nd 0.5~10, Ce 2~20, Y 0.5~5, Pr 0.2~4, Sm 1.25~2.5, Gd, Dy 0.05~1, Eu, Tb, Er, Yb 0.025~0.5, Ho, Tm 0.0125~0.025, Lu 0.005~0.1。

2 原理

用电感耦合等离子体 (ICP) 作为光谱激发源，将试样的气溶胶激发出所含元素的辐射光，经分光计分光后，借用单道扫描式检测器，选择最佳的稀土元素特征谱线，依序测量其谱线强度与标准稀土元素谱线强度相比较，由计算机软件包处理数据后，由打印机直接打出分析结果。

3 试剂和材料

3.1 盐酸 3.0mol/L，优级纯。

3.2 硝酸 1.5mol/L，优级纯。

3.3 EGTA 溶液 0.1mol/L，称取 38.1g 乙二醇乙二醚二胺四乙酸于塑料杯中，悬浮于 200mL 水中，加入 16g 氢氧化钠，搅拌到溶液清澈，加水至 1000mL，储存于塑料杯中备用。

3.4 离子交换树脂 强酸性阳离子  $1\times 8$ (聚苯乙烯—二乙烯苯磺酸) $\text{H}^+$ 交换树脂，粒度为  $100\mu\text{m}\sim 74\mu\text{m}$ ，交换柱  $0.6\times 11\text{cm}$ ，流速  $0.32\sim 0.36\text{mL/min}$ 。

3.5 稀土元素标准溶液 取光谱纯稀土元素氧化物，用优级纯盐酸溶解，配制成盐酸 (1+9) 的各个稀土元素贮备溶液，再按下表配制成标准系列。

元素	Ce	La	Nd	Y	Pr	Sm	Gd Dy	Eu Tb Er Yb	Ho Tm	Lu
高点	20	20	10	5	4	2.5	1	0.5	0.25	0.1
低点	2	1	0.5	0.25	0.2	0.125	0.05	0.025	0.0125	0.005

4 仪器

4.1 ICP-AES 单道扫描式直读光谱仪，全息光栅，刻线 2400/mm，焦距 1m。

4.2 带有内存 32K 的计算机，打印机，自制显出终端。

4.3 射频发生器 输出功率 900W，反射功率 3W。

4.4 可拆卸式矩管，玻璃同轴雾化器，双层玻璃雾化室。氩气流量：冷却气 12L/min，载气 0.48L/min，试液提升量 1.2L/min，积分时间 400~1000ms。

5 试样的制备

将试样粉碎至粒度  $100\mu\text{m}\sim 74\mu\text{m}$ ，在干净的房间风干。称样测定时，另称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 0.5~1g 风干土样 (精确至 0.0001g)，置于刚玉坩埚中，在 650℃ 高温炉中灰化 1h，取出冷却，用过氧化钠在 650℃~700℃ 高温炉中熔融，以 10mL 三乙醇胺，10mL 0.1mol/L 的 EGTA 溶液和 100mL 水提取。在电炉上加热至微沸，取下，加水至 200mL，冷却后过滤，用 10g~20g/L 氢氧化钠溶液洗涤烧杯及沉淀；再用 20mL 1.25mol/L 硝酸—40g/L 酒石酸 (含少许抗坏血酸)。分次溶解沉淀于 50mL 小烧杯中，摇匀后上柱进行交换，以 25mL 1.25mol/L 盐

酸继续洗剩下的杂质。最后用 45mL 3mol/L 盐酸洗脱稀土元素，流出液在电热板上蒸发至约 2mL，移入 10mL 比管中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

## 6.2 分析谱线和定位谱线 (nm)

La 408.672, Ce 418.660, Pr 440.882, Nd 406.109, Sm 442.434, Eu 412.970, Gd 342.247, Tb 350.917, Dy 353.117, Ho 346.600, Er 369.265, Tm 346.220, Yb 369.419, Lu 261.542, Y 437.494。  
定位谱线 (nm): C 247.856, Ar 404.442。

## 6.3 制作校准曲线

用高标准和低标准溶液送入 ICP 光源激发，按两点法建立校准曲线贮存于计算机软件包中，再用含有稀土元素的监控样检查结果相吻合后，就可进行试样分析。最好每测量 10 个试样后，再用监控样检查一次，以提高分析结果的准确度。

## 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， $\mu\text{g/g}$ 。

$\rho$ ——测出元素的质量浓度， $\mu\text{g/g}$ 。

$m$ ——测定试样的质量，g。

$K$ ——水份系数。

## 8 精密度

取一个试样平行测定 10 次，各元素的 RSD% 为 3% 左右。

## 9 参考文献

- [1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析[M]第二分册, (第三版). 北京: 地质出版社, 1991, 271~272.
- [2] 邹骏诚等. ICP 测定地质样品中的痕量稀土元素. 岩石矿物及测试, 1984, 3 (2): 149.