

岛津 EDX-LE Plus 在土壤元素分析方面的应用

EDX-017

摘要：为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，防止土壤污染，保护生态环境，保障农林生产，维护公众健康，国家对原国家标准《土壤环境质量标准》（GB/T15618-1995）进行了修改，到2017年已进行了第三次征求意见稿了，农用地土壤污染物控制项目也由10项增加到21项，在原有限量项目的基础上增加了其他项目的总锰、总钴、总锑、总钒、总铊、总钼等参考含量限量，因此对土壤及土壤固废限量元素的监测分析越来越重要。而岛津EDX荧光光谱仪可对土壤限量元素及常规元素进行简单快捷的初步筛选分析。该方法操作简便，分析快速，重复性好，是一种行之有效的测试方法。

下面介绍岛津EDX-LE Plus在土壤元素分析方面的应用。

关键词：岛津EDX-LE Plus 荧光光谱仪 土壤限量元素荧光分析 《中华人民共和国环境保护法》
《土壤环境质量标准》

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津EDX-LE Plus



图1 EDX-LE Plus 仪器

1.2 分析条件

X-射线管：靶 Rh
滤光片：1~5#
电压：15 kV, 50 kV
电流：自动
测试氛围：大气
准直器：10 mm
测试时间：200 s
停滞时间：30%

1.3 土壤标准样品

相关标样及浓度如下表：

标样名称	国标 编号	含量	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	As
		(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(ppm)
GSD11	GBW07311	99.698	76.25	10.37	4.39	0.47	3.28	188
GSD12	GBW07312	99.828	77.29	9.3	4.88	1.16	2.91	115
GSD7A	GBW07307	99.149	68.3	11.02	4.18	2.96	1.83	11.3
GSD8A	GBW07308	99.473	73.58	13.25	3.7	0.17	4.31	7.3
GSS04	GBW07404	99.041	50.95	23.45	10.3	0.26	1.03	58
GSS05	GBW07405	99.363	52.57	21.58	12.62	0.1	1.5	412
GSS06	GBW07406	99.596	56.93	21.23	8.09	0.22	1.7	220
GSS07	GBW07407	98.279	32.69	29.26	18.76	0.16	0.2	4.8
GSS08	GBW07408	99.622	58.61	11.92	4.48	8.27	2.42	12.7

标样名称	国标 编号	Co	Cu	La	Mn	Mo	Nd	Nb
		(ppm)						
GSD11	GBW07311	8.5	79	30	2490	5.9	27	25
GSD12	GBW07312	8.8	1230	32.7	1400	8.4	26	15.4
GSD7A	GBW07307	15.2	22.5	27	886	0.82	11.3	22.1
GSD8A	GBW07308	6.8	5.8	45	645	1.3	27	33
GSS04	GBW07404	22	40	53	1420	2.6	27	38
GSS05	GBW07405	12	144	36	1360	4.6	24	23
GSS06	GBW07406	7.6	390	30	1450	18	21	27
GSS07	GBW07407	97	97	46	1780	2.9	45	64
GSS08	GBW07408	12.7	24.3	36	650	1.16	32	15

标样名称	国标 编号	Pb	Rb	Sn	Sr	Th	Ti	Tl
		(ppm)						
GSD11	GBW07311	636	408	370	29	23.3	2100	2.9
GSD12	GBW07312	285	270	54	24	21.4	1510	1.76
GSD7A	GBW07307	555	63	2.5	236	6.7	4100	0.45
GSD8A	GBW07308	37	232	3.8	52	20.5	2900	1.6
GSS04	GBW07404	58	75	5.7	77	27	10800	0.94
GSS05	GBW07405	552	117	18	42	23	6290	1.6
GSS06	GBW07406	314	237	72	39	23	4390	2.4
GSS07	GBW07407	14	16	3.6	26	9.1	20200	0.21
GSS08	GBW07408	21	96	2.8	236	11.8	3800	0.58

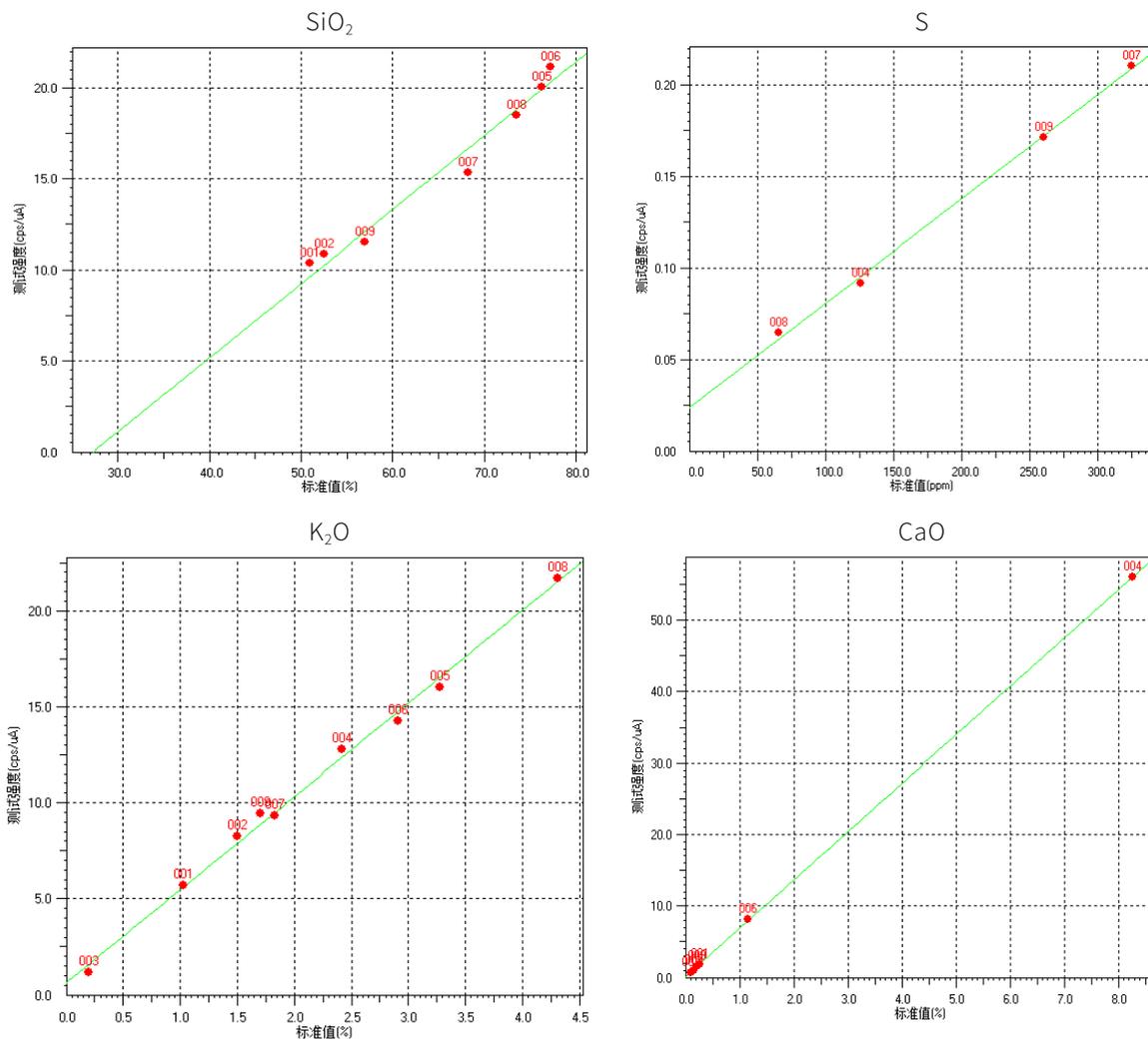
标样名称	国标 编号	V	Y	Zn	Zr	Ba	Ce	Br
		(ppm)						
GSD11	GBW07311	47	43	373	153	260	58	2.3
GSD12	GBW07312	47	29	498	234	206	61	1.7
GSD7A	GBW07307	77	16	780	184	437	54	1.3
GSD8A	GBW07308	31	29	80	228	620	88	1.1
GSS04	GBW07404	247	39	210	500	213	136	4
GSS05	GBW07405	166	21	494	272	296	91	1.5
GSS06	GBW07406	130	19	97	220	118	66	8
GSS07	GBW07407	245	27	142	318	180	98	5.1
GSS08	GBW07408	81	26	68	229	480	66	2.5

图2 标样浓度

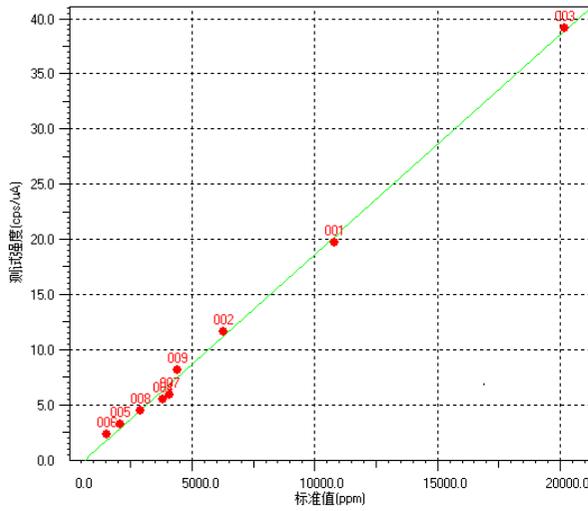
■ 工作曲线

按上述标样压片后制作工作曲线。

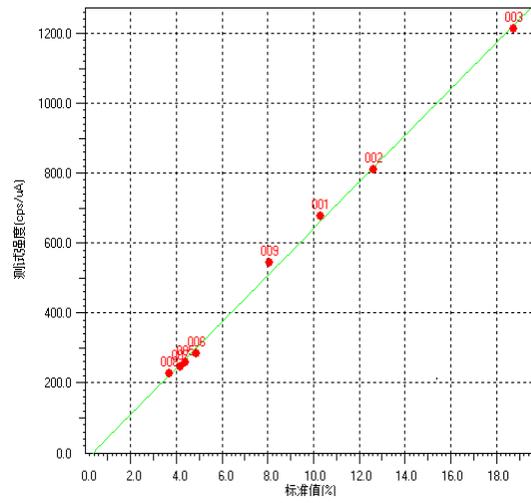
2.1 无干扰元素的工作曲线如下表：



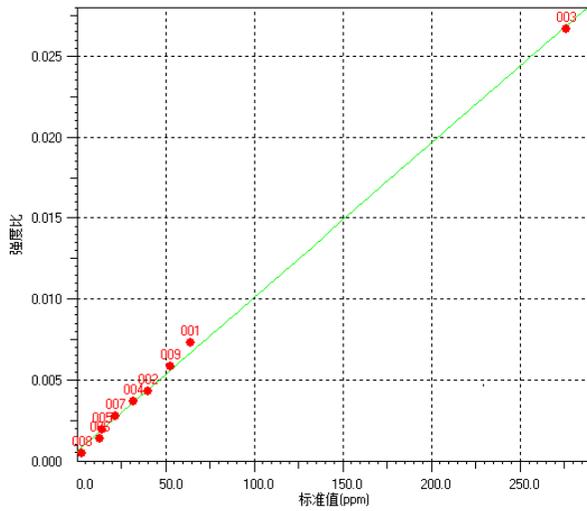
Ti



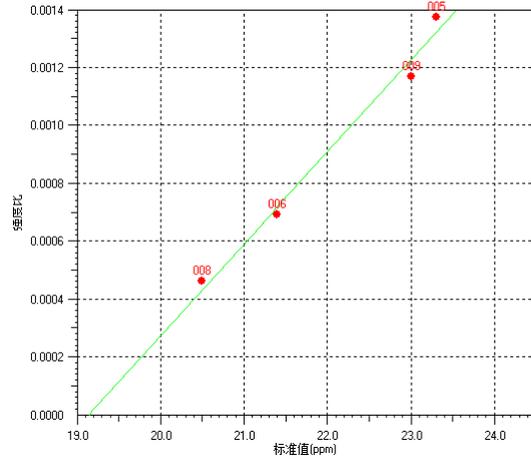
Fe₂O₃



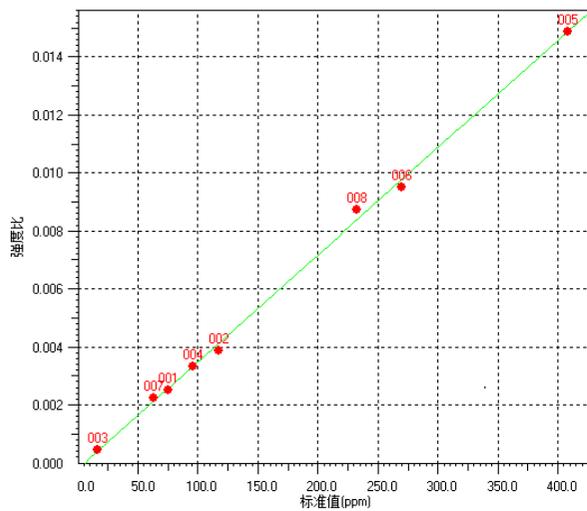
Ni



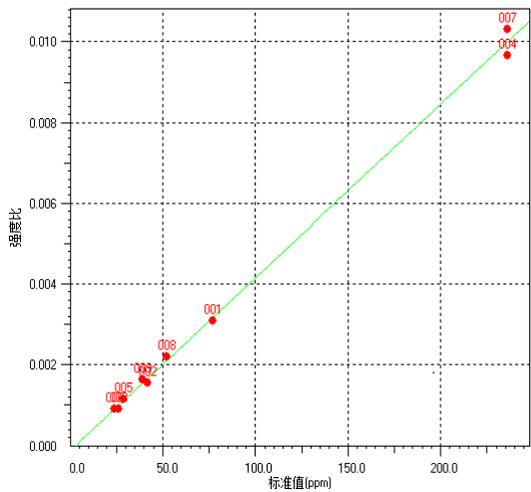
Th

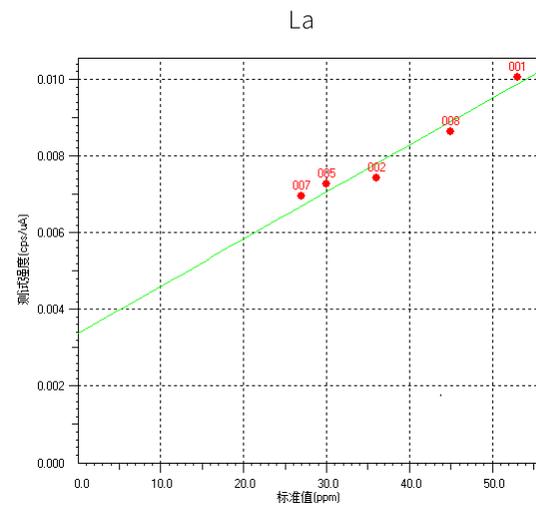
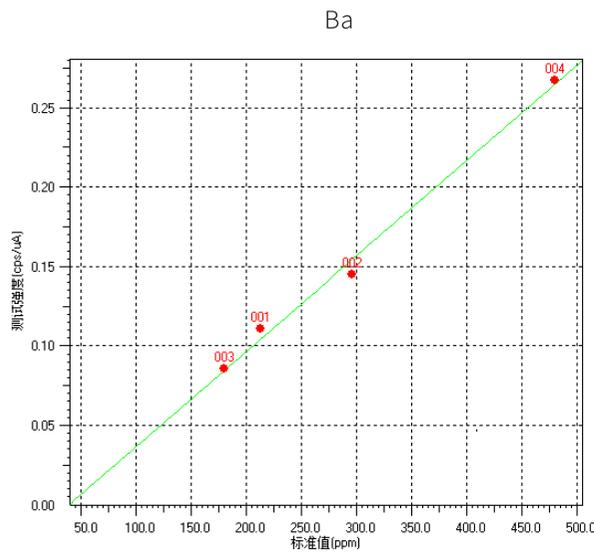
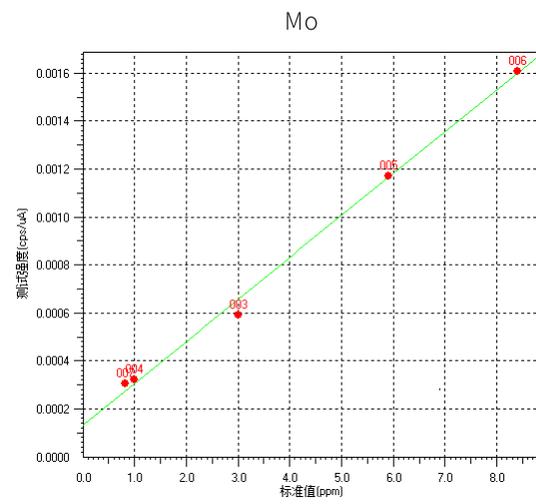
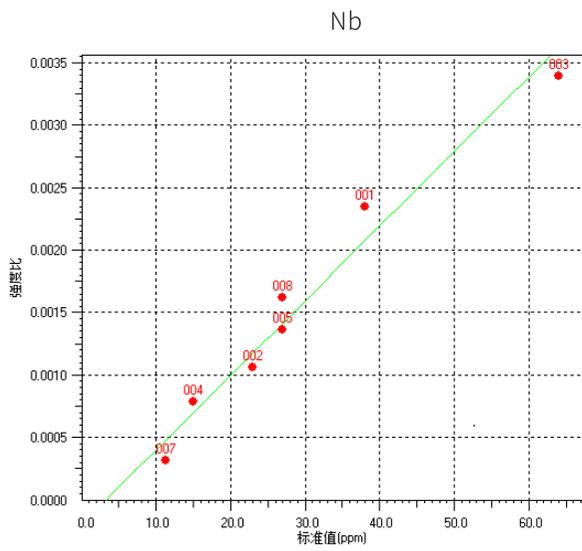
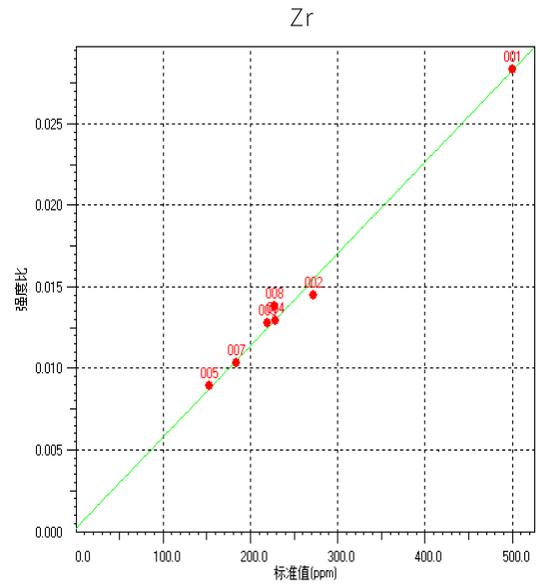
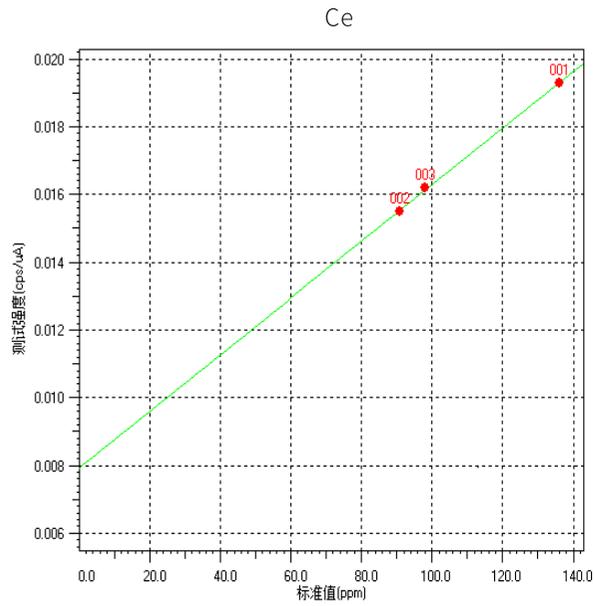


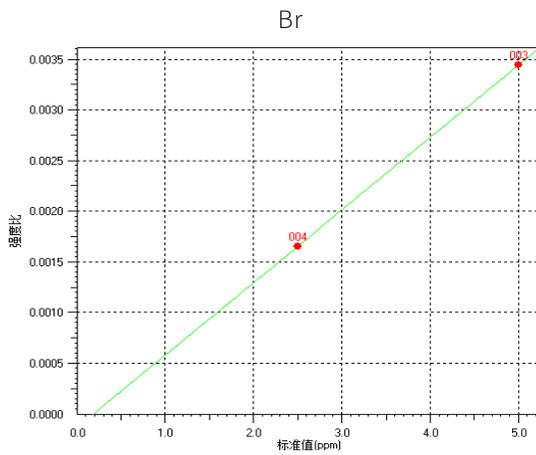
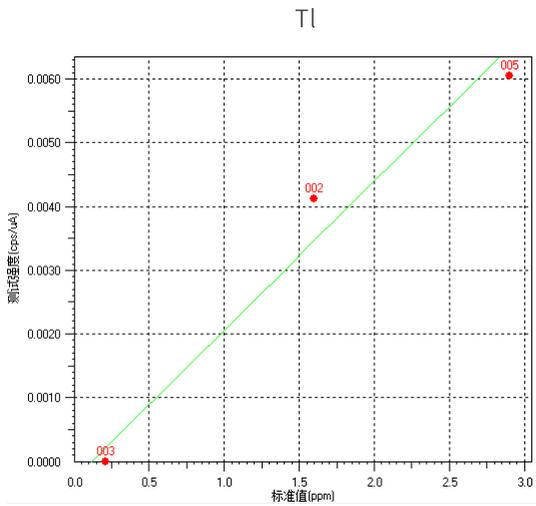
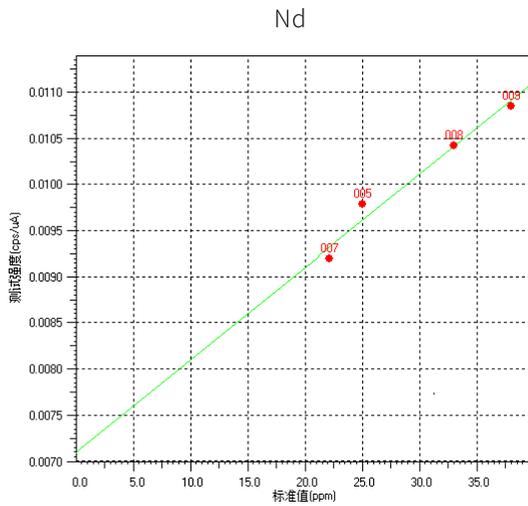
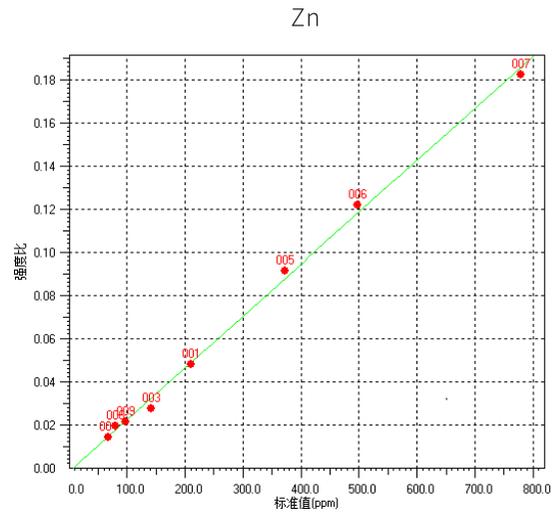
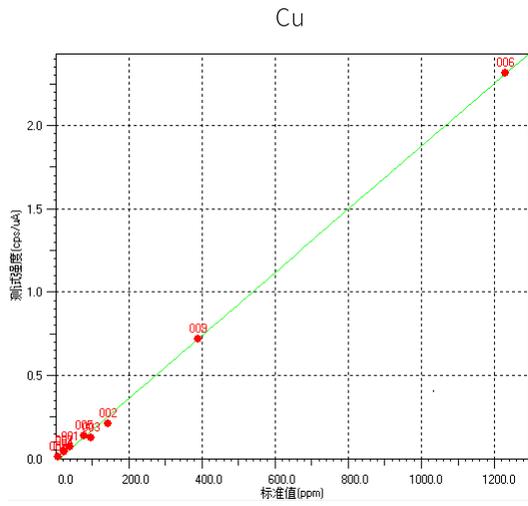
Rb



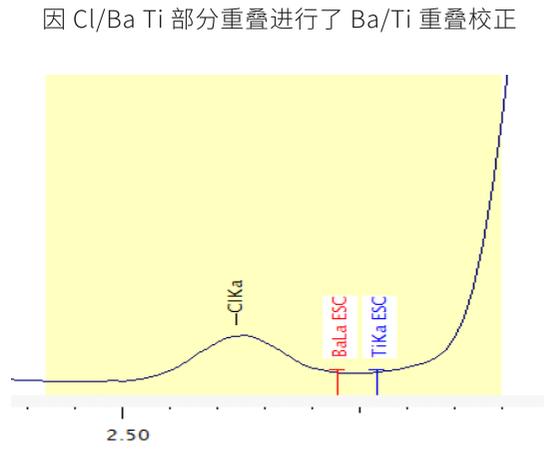
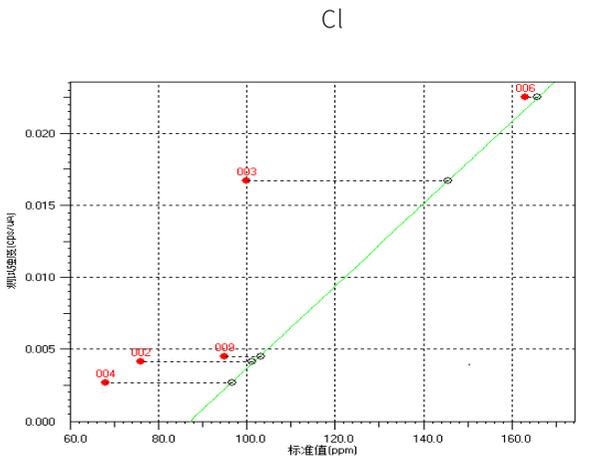
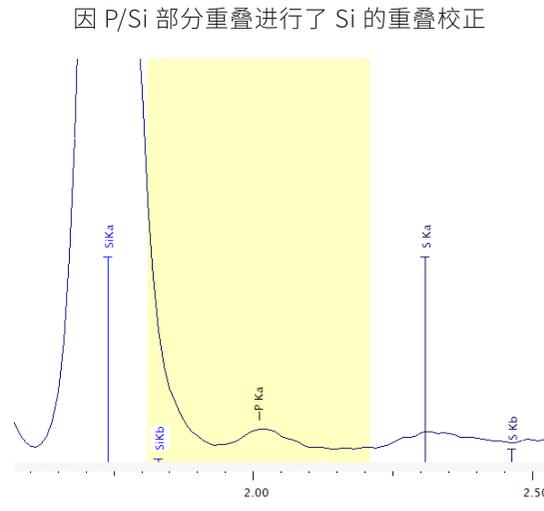
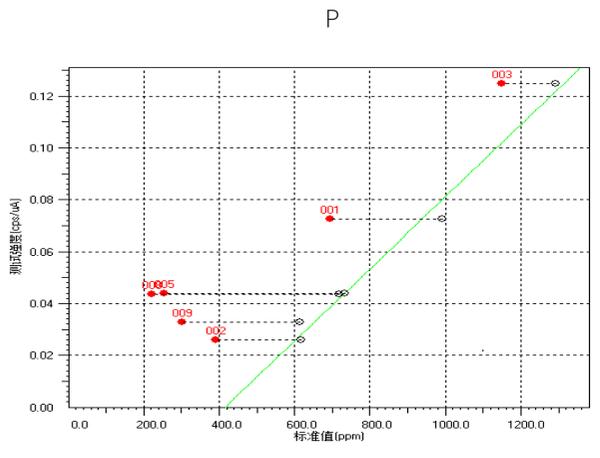
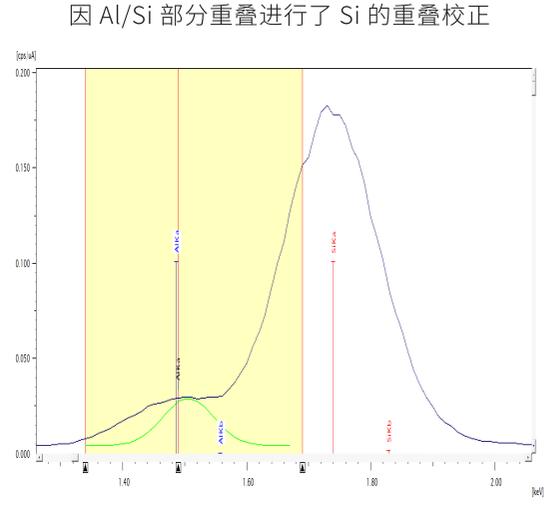
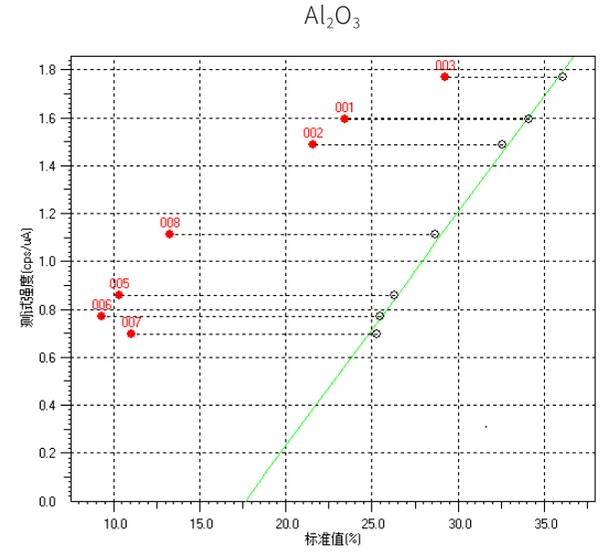
Sr



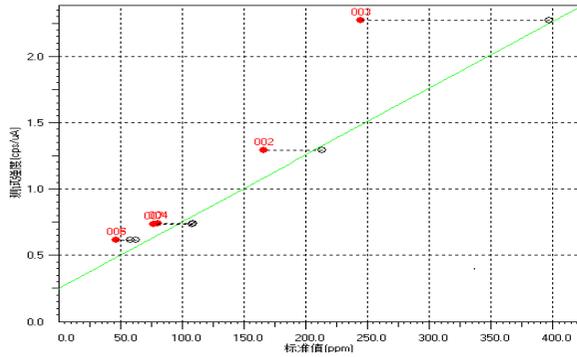




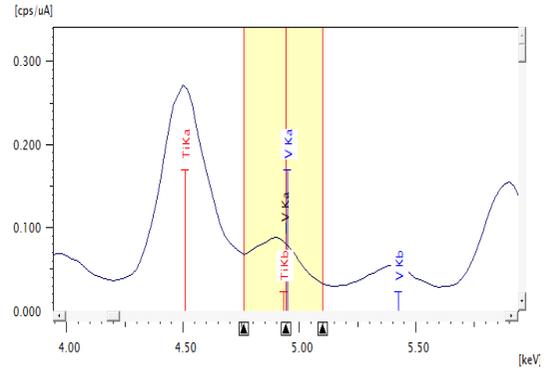
2.2 因干扰元素部分重叠而使用了重叠校正的工作曲线如下表：



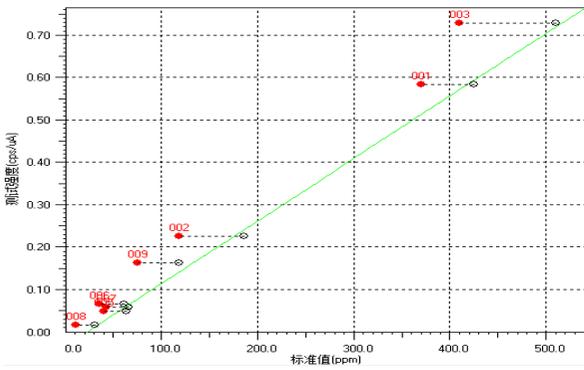
V



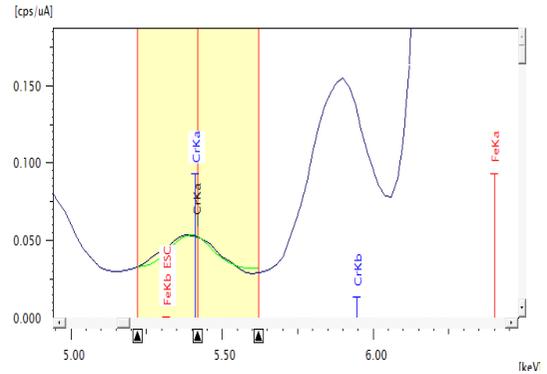
因 V/Ti 部分重叠进行了 Ti 的重叠校正



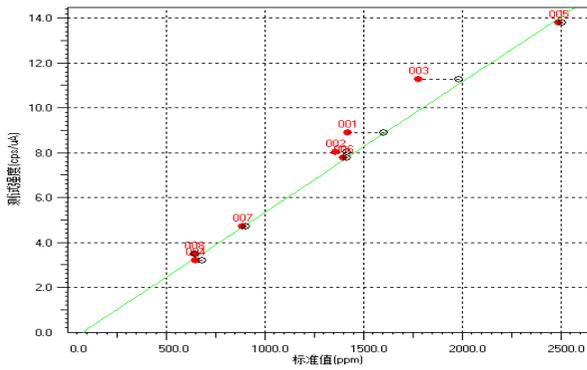
Cr



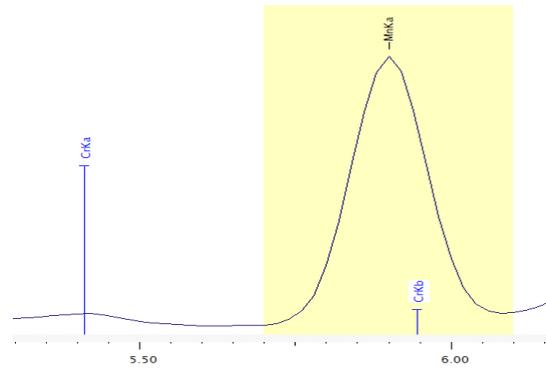
因 Cr/FeKbESC 部分重叠进行了 Fe 的重叠校正



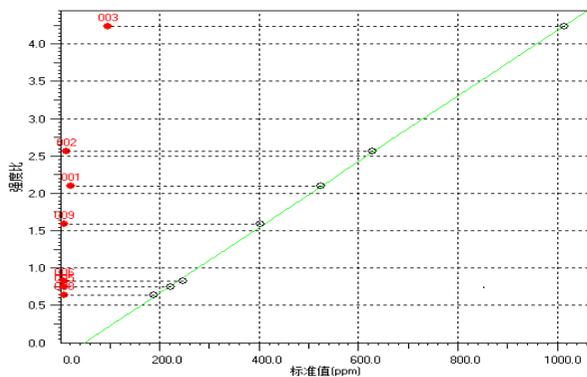
Mn



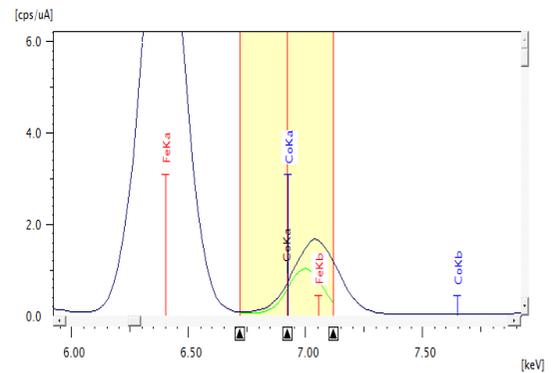
因 Mn/Cr 部分重叠进行了 Cr 的重叠校正



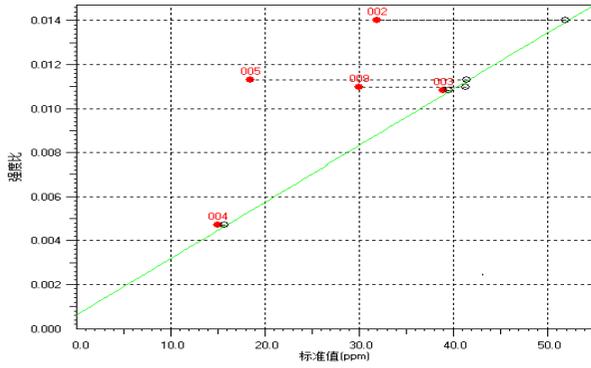
Co



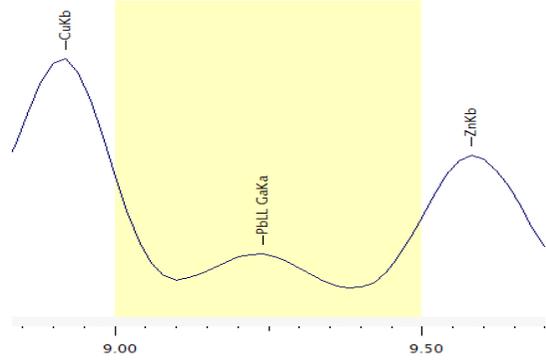
因 Co/Fe 部分重叠进行了 Fe 的重叠校正



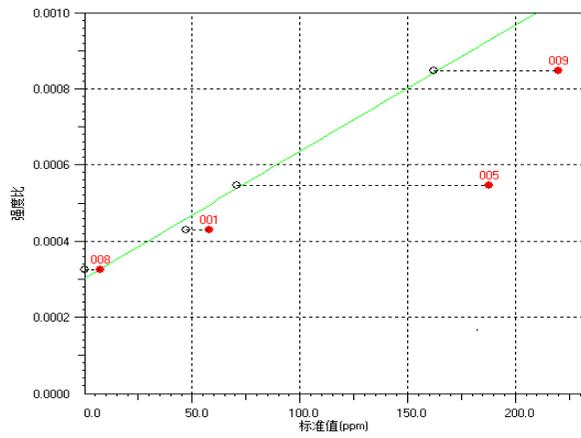
Ga



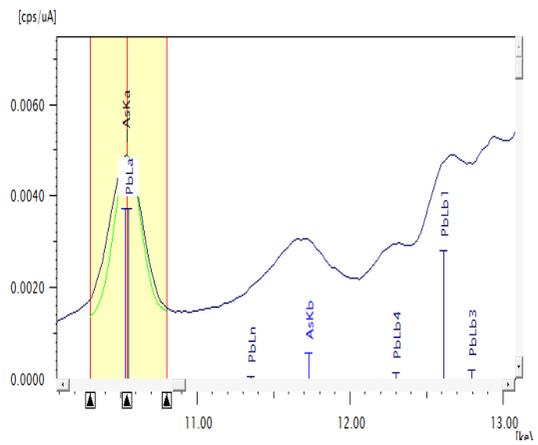
因 Ga/Pb 部分重叠面进行了 Pb 的重叠校正



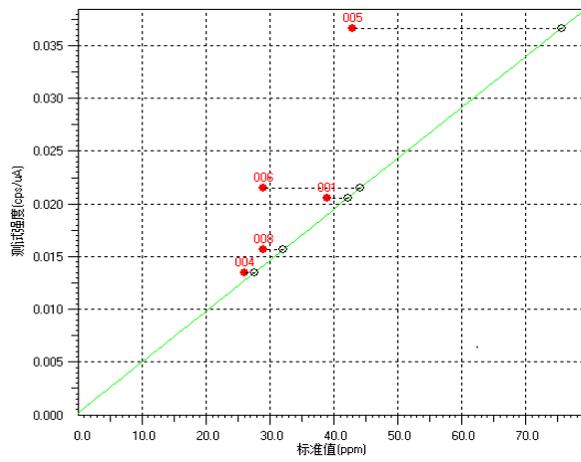
As



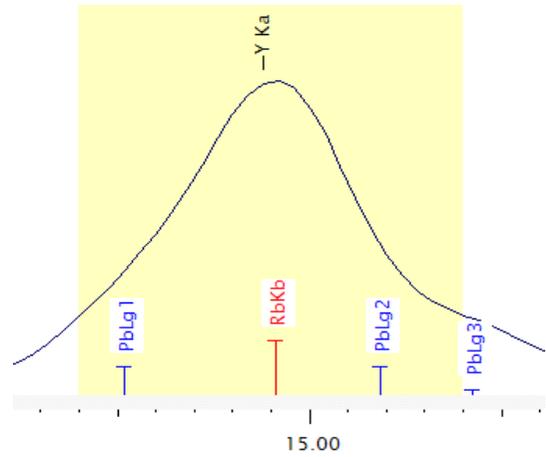
因 As/PbLa 部分重叠面进行了 Pb 的重叠校正



Y



因 Y/Rb Pb 部分重叠面进行了 Rb/Pb 的重叠校正



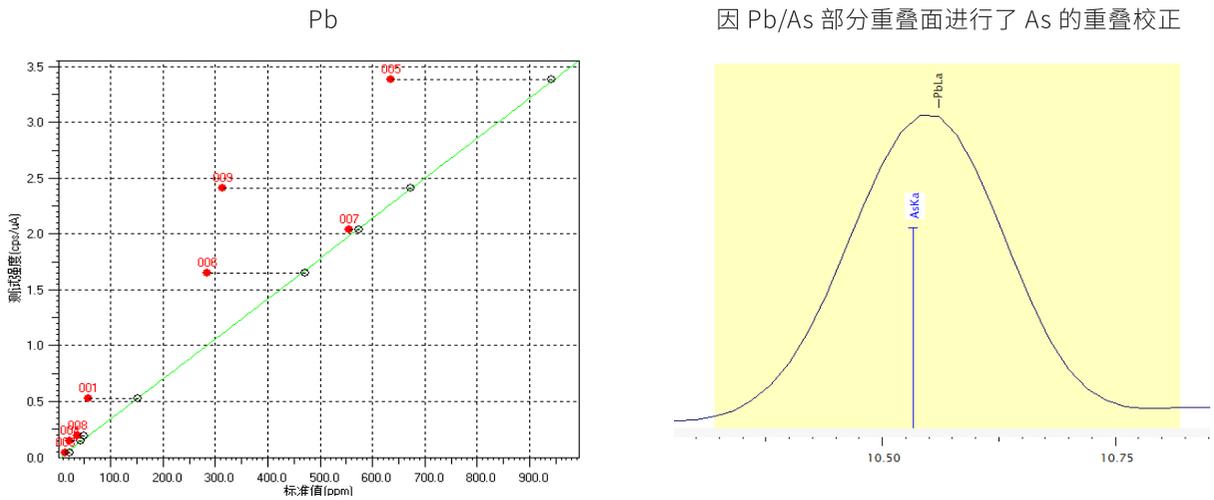


图 4 工作曲线

2.3 因 EDX-LE Plus 不能配置真空条件系统，故对土壤中的 Na, Mg 及 Na 以前的元素未进行分析。

2.4 连续测试 10 次的重复性测试

标样名称	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃	P	S	Cl	Ti	V
	%	%	%	%	%	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
第一次	10.364	75.678	3.178	0.716	4.27	339.5	260.7	146.1	2276.3	54
第二次	10.43	75.759	3.178	0.718	4.273	297.4	244.2	148.4	2277.3	51.1
第三次	10.455	75.888	3.173	0.708	4.27	285.5	250.9	144.2	2280.5	49.4
第四次	10.568	75.831	3.173	0.718	4.269	296.7	246.4	149.9	2292.5	45.6
第五次	10.409	75.911	3.167	0.706	4.264	297.7	250.4	138.8	2290.3	44.6
第六次	10.408	75.966	3.162	0.718	4.27	322.6	254.7	140.9	2277.2	57
第七次	10.434	75.93	3.146	0.706	4.272	285.9	227.9	145.5	2275.5	42.2
第八次	10.516	75.915	3.148	0.707	4.273	275	256.4	143.9	2278.5	49.4
第九次	10.555	75.932	3.171	0.72	4.269	322.3	245.8	142.7	2281.4	54
第十次	10.496	75.999	3.177	0.709	4.271	307.7	248.5	143.7	2280.6	54.8
平均值	10.463	75.881	3.167	0.713	4.27	303	248.6	144.4	2281	50.2
CV%	0.645	0.129	0.373	0.805	0.06	6.6	3.6	2.3	0.3	9.7

标样名称	Mn	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	As	Br	Rb	Sr	Cr
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
第一次	2453.2	19.4	15.5	86.7	388.8	21.2	216.4	4.8	406.7	30.6	50.9
第二次	2451	17.7	18.1	87.4	390.9	18.6	191.5	4.8	404.7	30.5	47.9
第三次	2440.9	18.5	16.3	86.9	390.5	19.1	187.3	5.2	408.2	30.9	49.1
第四次	2432.2	17.8	16.1	86.9	388.8	17.6	192.8	4.6	406.7	31.5	46.2
第五次	2430.8	20.4	15.6	86.1	390.5	19.1	204	4.8	410	30.3	45.4
第六次	2440.8	16.4	16.8	87.5	389.8	20.8	216	5.2	405.1	31.5	51.3
第七次	2441.8	18	15.5	84.6	392.3	20.1	227.4	5.2	411.4	30.5	45.4
第八次	2451.7	19.8	15.1	85.5	389.1	21.2	223.5	5.6	410	32.3	46.5
第九次	2435	20.4	14.7	86.8	389.5	18.6	203.8	5.5	412.7	30.3	51.9
第十次	2455.9	17	15.4	89.2	390.1	16.3	220.7	5.4	405	31.3	53.6
平均值	2443.3	18.6	15.9	86.8	390	19.3	208.3	5.1	408	31	48.8
CV%	0.4	7.5	6.1	1.4	0.3	8.2	6.9	6.8	0.7	2.1	6.1

标样名称	Y	Zr	Nb	Mo	Ba	La	Ce	Nd	Tl	Pb	Th
	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm	ppm
第一次	45.1	152	26.5	5.5	236.7	30.6	43	26.6	2.6	591.5	23.2
第二次	42	152.9	25	4.6	242.8	28.5	39.1	26.8	2.7	667.9	23.2
第三次	44.1	153.5	25.5	4.9	241.4	27.5	38.6	25.1	2.8	638.7	23.2
第四次	42.3	153.4	25.7	5.6	243.9	31.9	40.9	25.1	2.6	662.7	23.1
第五次	46.4	153.2	25.6	5.1	240.9	32.5	45.8	24.4	2.9	614.3	23.5
第六次	45.9	151.9	25.3	4.9	243.7	33	46.1	25	2.7	588.6	23.8
第七次	48.9	154.5	25.9	5.6	246.8	30.6	41.8	28.2	2.7	585	23.6
第八次	47.8	152.5	25.2	4.3	246	36	43.7	29	2.6	574.4	23.8
第九次	41	154.2	25.7	4.9	247.9	36.5	44.1	29.6	2.8	599.5	23.3
第十次	46.9	152.3	25.6	4.9	238.5	30.4	43.7	25.8	2.7	615	23.4
平均值	45	153	25.6	5	242.9	31.8	42.7	26.6	2.7	613.8	23.4
CV%	5.9	0.6	1.6	8.7	1.5	9.1	6	6.9	3.9	5.3	1.1

■ 结论

本方法介绍了岛津 EDX-LE Plus 能量色散型 X 射线荧光光谱仪，在土壤限量元素及常规元素的分析情况，该方法操作简单，分析快速，重复性好，可进行化学分析前的初步筛选分析。

岛津应用云



岛津企业管理(中国)有限公司 – 分析中心
 Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center