

ICP-AES 法测定海洋沉积物中的常微量元素

ICP-064

摘要: 采用高压消解罐法消解海洋沉积物样品, 采用标准物质制作工作曲线, 利用电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-AES) 测定了海洋沉积物标准物质 GSD-9 中的 16 种无机元素含量。实验结果表明, 该方法线性相关系数良好, 精密度高, RSD 值均小于 1%, 测定值与标准值基本吻合, 可以准确测定海洋沉积物中的常微量元素。

关键词: 海洋沉积物 常微量 无机元素

海洋沉积物 (marine sediments) 是指各种海洋沉积作用所形成的海底沉积物的总称。开发海洋资源, 保护海洋环境和维护国家的海洋权益是当今世界潮流。确定元素在海洋不同介质中元素的丰度及赋存形态, 为研究元素的共生组合, 阐明元素的富集途径, 揭示元素的演化历史和循环规律提供保障, 广泛应用于地质矿产勘探、海洋环境质量评价、物源示踪及古环境演化研究中。本文利用同基体的水系沉积物标准物质 GSD-11 和海洋沉积物标准物质 GSMS-1 作标准曲线, 使用 ICP-AES 法研究测定了沉积物标准物质 GSD-9 中的 16 种无机元素含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后,

用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO₃ 和 HF 高纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

将沉积物样品置于烘箱内 50℃ 烘干后, 转移至玛瑙研钵中碎样至 200 目待用。将粉碎后的样品于 105℃ 烘干 3 小时后, 冷却至室温, 然后准确称取约 50.00 mg (49.5 mg~50.5 mg) 样品于聚四氟乙烯内罐中, 去离子水润湿样品, 加入 1.50 mL HNO₃ (摇匀) 和 1.50 mL HF, 加盖及钢套密闭, 放入烘箱中于 195℃ 加热并保持 48h 以上。冷却后取出内罐, 置于电热板上蒸至湿盐状, 再加入 1mL HNO₃ 蒸干 (除去残余的 HF)。最后再加入 3mL 高纯 HNO₃ (1+1), 加盖及钢套密闭, 放入 150℃ 的烘箱中保持 24 h, 以保证对样品的完全提取。冷却后, 将提取液转移至干净的 PET (聚酯) 瓶中, 去离子水定容至 50.00 g, 待测。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果与讨论

2.1 标准曲线

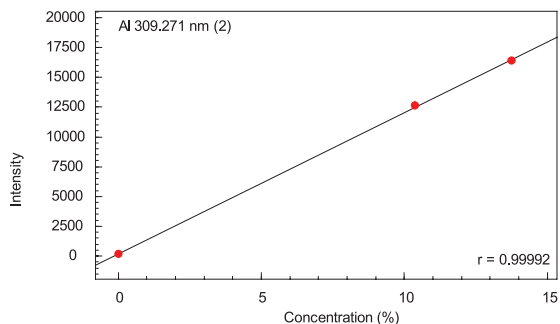
使用 5% 的硝酸作为零点, 水系沉积物标准物质 GSD-11 和海底沉积物标准物质 GSMS-1 为高浓度点制作标准曲线。其标准值如表 2。

表2 GSD-11和GSMS-1的标准值

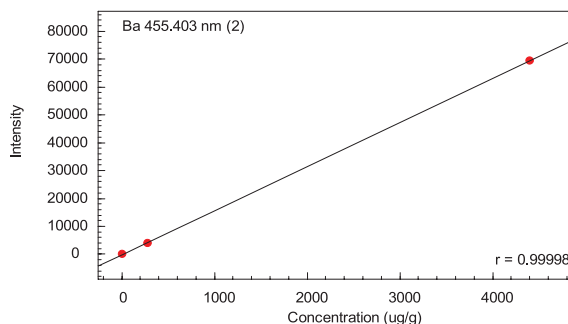
元素	GSD-11			GSMS-1		
	标准值	标准偏差	单位	标准值	标准偏差	单位
Al ₂ O ₃	10.37	0.10	%	13.75	0.09	%
CaO	0.47	0.03	%	1.71	0.03	%
Fe ₂ O ₃	4.39	0.07	%	6.58	0.07	%
K ₂ O	3.28	0.07	%	2.95	0.05	%
MgO	0.62	0.07	%	3.38	0.05	%
Na ₂ O	0.46	0.03	%	4.81	0.05	%
P	255	27	μg/g	0.45*	0.01	%
Mn	2490	84	μg/g	0.43*	0.01	%
Ti	2100	100	μg/g	0.67*	0.01	%
Ba	260	17	μg/g	0.44	0.02	%
Cu	79	3	μg/g	424	8	μg/g
Cr	40	3	μg/g	58.4	1.3	μg/g
Sr	29	4	μg/g	267	15	μg/g
V	47	3	μg/g	112	5	μg/g
Zn	373	14	μg/g	160	3	μg/g
Zr	153	13	μg/g	177	10	μg/g

注：* 代表元素的氧化物

2.2 部分元素标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 8.430665e-004 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.1663144 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0158276 定量下限(10σ) = 0.0527588



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0631416 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 10.29306 零截距: 无
 检出限(3σ) = 1.454203 定量下限(10σ) = 4.847344

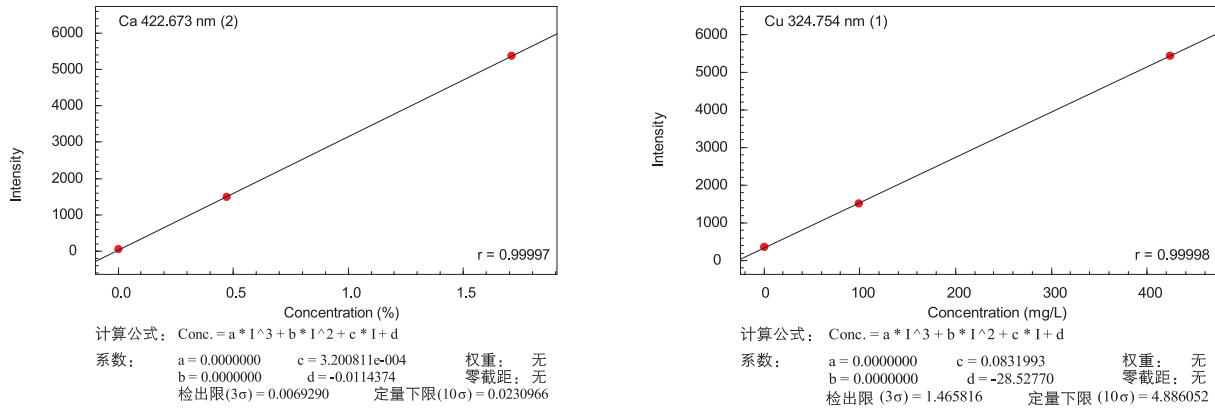
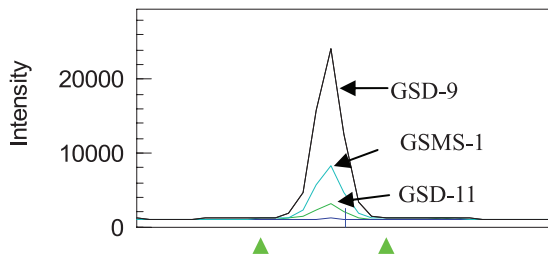


图1 部分元素的标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓

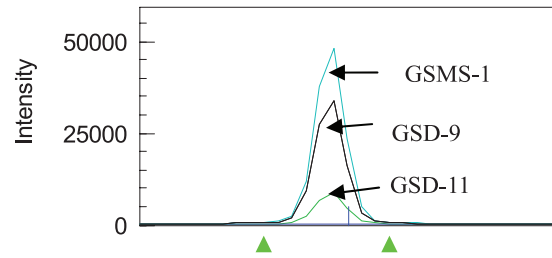
Ca 422.673 Best

条件2



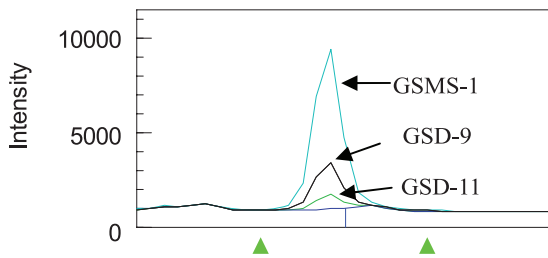
Mg 285.213 Best

条件2



Na 589.592 Best

条件2



Zn 206.200 Best

条件1

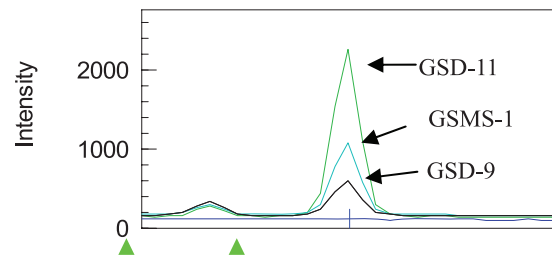


图2 部分元素的谱峰轮廓图

2.4 沉积物样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测定海洋沉积物标准品中的各元素，同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定，求出各元素的检出限。

表3 沉积物样品分析结果

元素	分析 波长 (mm)	观测方式	检出限 (mg/L)	GSD-9			单位
				标准值	测定值	RSD(%)	
Al ₂ O ₃	309.271	纵向	0.02	10.58±0.10	10.55	0.13	%
CaO	422.673	纵向	0.007	5.35±0.09	5.42	0.18	%
Fe ₂ O ₃	233.280	纵向	0.02	4.86±0.07	4.98	0.33	%
K ₂ O	766.490	纵向	0.13	1.99±0.06	2.01	0.36	%
MgO	285.213	纵向	0.003	2.39±0.06	2.40	0.18	%
Na ₂ O	589.592	纵向	0.02	1.44±0.0.04	1.40	0.34	%
P	177.499	轴向	0.02	670±23	660	0.82	µg/g
Mn	260.569	纵向	0.004	620±020	610	0.15	ug/g
Ti	334.941	轴向	0.001	5500±160	5590	0.31	ug/g
Ba	455.403	纵向	0.001	430±18	418	0.07	ug/g
Cu	324.754	轴向	0.001	32±2	32.1	0.47	ug/g
Cr	267.716	轴向	0.0005	85±7	81.8	0.65	ug/g
Sr	421.552	纵向	0.001	166±9	175	0.47	ug/g
V	292.402	轴向	0.0007	97±6	98.9	0.74	ug/g
Zn	206.200	轴向	0.002	78±4	76.4	0.79	ug/g
Zr	339.198	轴向	0.0006	370±20	368	0.71	ug/g

结论

参考《GB/T20260-2006 海底沉积物化学分析方法》标准，采用高压消解罐法前处理海洋沉积物样品，利用同基体的沉积物标准物质 GSD-11 和 GSMS-1 作标准曲线，ICP-AES 法测定了海洋沉积物标准物质 GSD-9 中的 16 种无机元素含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好，精密度高，RSD 值均小于 1%，分析结果与标准值相吻合，可以准确测定海洋沉积物中的常微量元素。