密封罐消解法 ICP-AES 测定湖积物及土壤中的微量元素

ICP-103

摘要： 采用密封罐消解法前处理湖积物和土壤样品，ICP-AES 法测定了湖积物 GBW07423 和松嫩平原土壤 GBW07424 标准物质中的多元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好 (r>0.9999)，RSD<1.5 %，测定结果准确，分析结果与标准值相吻合，一次进样，可同时测定土壤中的微量元素。

关键词： 地质 土壤湖积物 微量元素 ICP-AES

土壤、湖积物中主量、次量及微量元素的测定，是农业经济规划、生态环境监测及多目标区域地球化学研究必不可少的内容之一。电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-AES) 具有灵敏度高、精密度好、动态线性范围宽、可多元素同时测定等特点，是地质样品中多元素，尤其是常、微量元素同时分析的重要技术，因此广泛应用于地矿样品的分析。本文采用密封罐消解法 ICP-AES 法研究测定了湖积物标准物质 GBW07423 和松嫩平原土壤 GBW07424 标准物质中的多种元素的含量。

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

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3、HF 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

精确称取 0.025 g 试样于封闭溶样器的聚四氟乙烯内罐中，加入 3 mL HNO_3、0.5 mL HF，盖上聚四氟乙烯上盖，装入钢套中，拧紧钢套盖。将高压消解罐放入烘箱中，190℃下保持 48 h。冷却后，取出聚四氟乙烯内罐，在电热板上于 165℃蒸发至干。然后再加入 1 mL HNO_3 蒸发至干，此步骤再重复一次。最后，用 5 % 硝酸溶解样品残渣，并定容到 10 mL。

1.4 仪器参数

对于常量元素，或灵敏度较高的元素如 Sr, Mn 等，适合采用纵向观测，可在较大线性范围内准确定量分析，并可有效降低电离干扰；对于微量的元素，如 Cr, Zn 等，适合采用轴向观测，可提高检测灵敏度。利用 ICPE-9000 的轴向、纵向观测自动切换功能（如图 1 所示），一次进样，可同时获得轴向、纵向测定数据，可大大节省工作时间。如图 7~12 轮廓图中所示，“条件 1”元素为轴向观测，“条件 2”元素为纵向观测。仪器工作条件如表 1 所示。

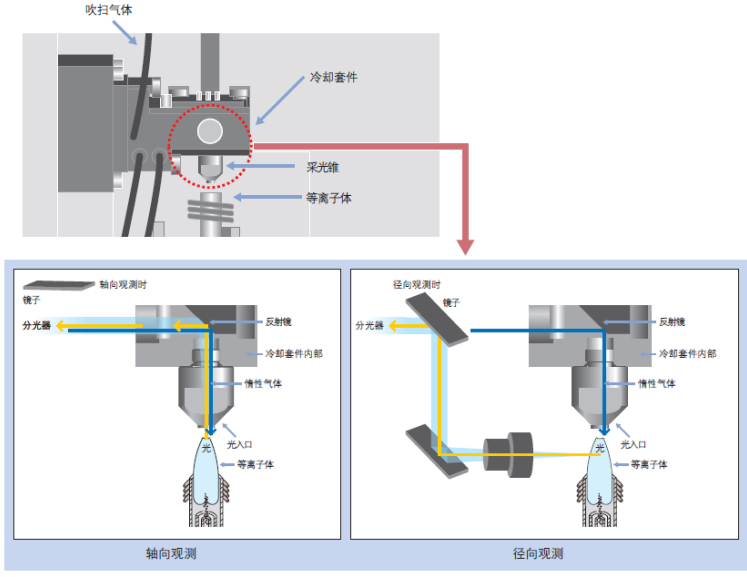

图 1 轴向径向观测示意图

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	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

结果讨论

2.1 标准曲线配制

使用 5 % 硝酸配制各元素的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	波长 (nm)	标准曲线浓度 (mg/L)			
		STD1	STD2	STD3	STD4
Ba*	455.403	0	0.1	0.5	2
Cr	206.149	0	0.02	0.1	0.5
Mn*	257.610	0	0.1	0.5	2
Ni	231.604	0	0.02	0.1	0.5
Sr*	407.771	0	0.02	0.1	0.5
V	292.402	0	0.02	0.1	0.5
Zn	213.856	0	0.02	0.1	0.5
Ti*	334.941	0	0.5	2	20
Na*	589.592	0	10	50	-

注：* 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线

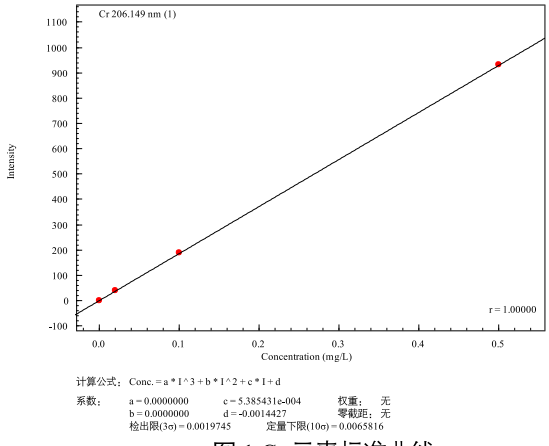

图 1 Cr 元素标准曲线

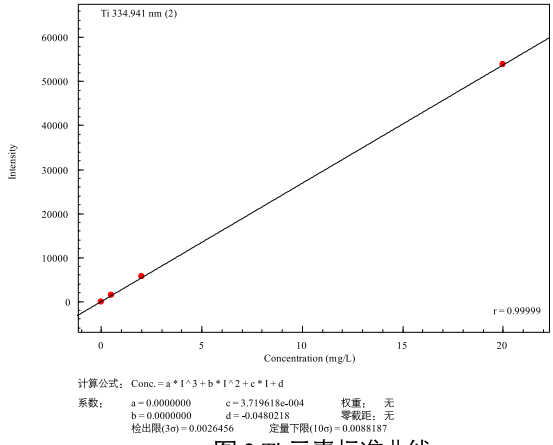

图 2 Ti 元素标准曲线

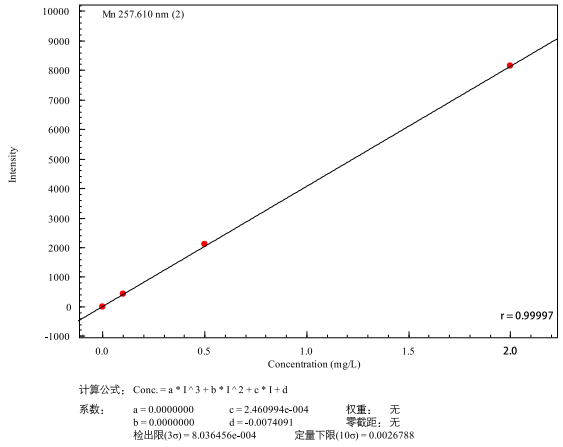

图 3 Mn 元素标准曲线

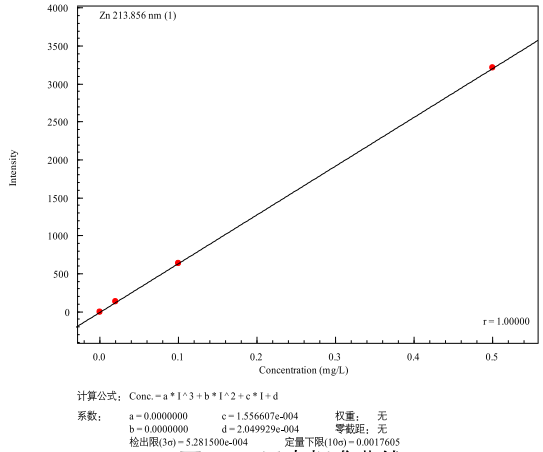

图 4 Zn 元素标准曲线

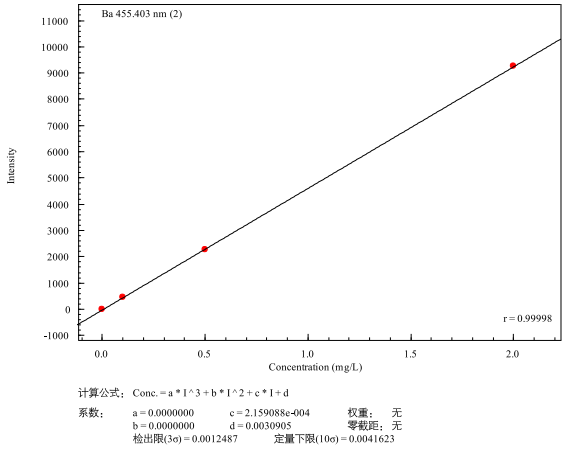

图 5 Ba 元素标准曲线

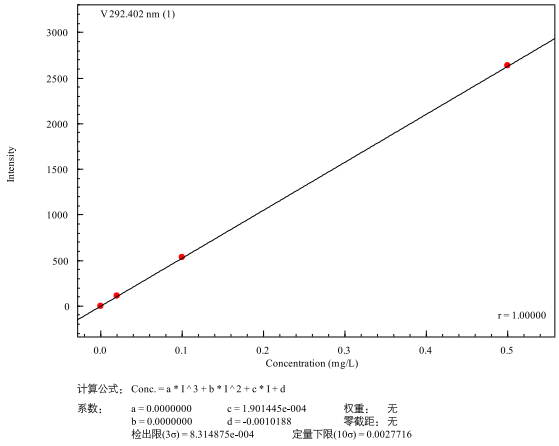

图 6 V 元素标准曲线

2.3 部分元素的谱峰轮廓图

ICPE-Solution 软件内置 110,000 条元素波长数据库 (包括：共存元素干扰校正系数、被测元素之间干扰校正系数、背景最佳位置的选择点等)。

ICPE-Solution 独特的“自动确定最佳波长”功能，可以从全部波长范围的测定数据中，在数据库中自动检索提取可能存在的光谱干扰信息，自动确定最佳波长，如图 7~ 图 12。分析者只需指定元素，测定样品，即可得到分析结果。没有传统的研究多波长数据文件并选择波长的困难。

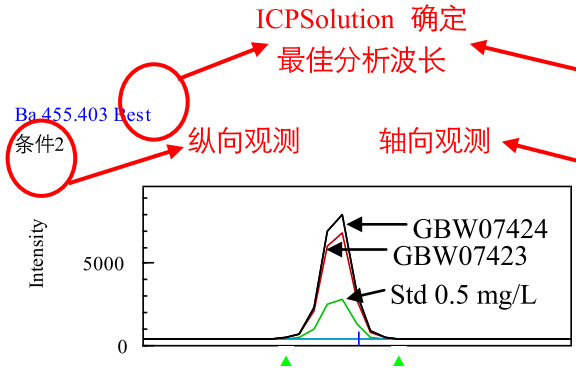

图 7 Ba 元素谱峰轮廓图

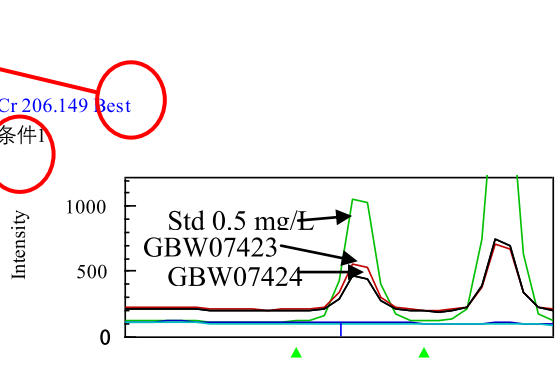

图 8 Cr 元素谱峰轮廓图

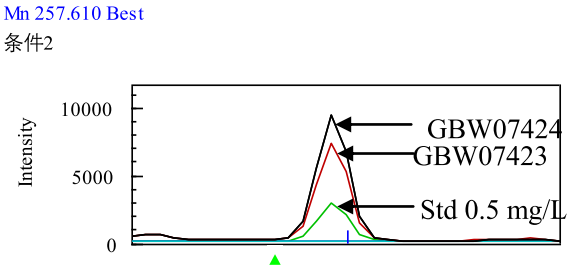

图 9 Mn 元素谱峰轮廓图

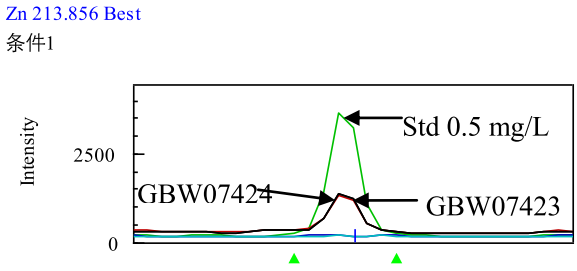

图 10 Zn 元素谱峰轮廓图

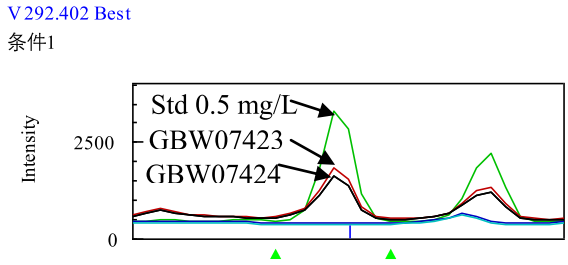

图 11 V 元素谱峰轮廓图

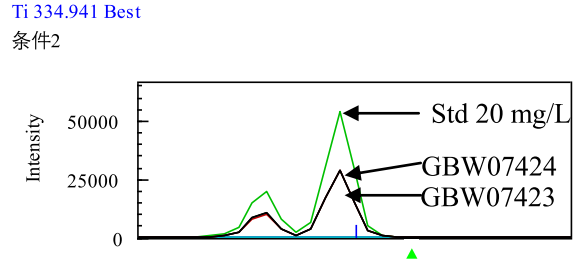

图 12 Ti 元素谱峰轮廓图

2.4 土壤、湖积物样品分析结果及检出限

利用 ICPE-9000 法直接测量土壤和湖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，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限。

表 3 湖积物 GBW07423 和土壤 GBW07424 样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	波长 (nm)	GBW07423 标准值	GBW07423 测定结果	RSD (%)	GBW07424 标准值	GBW07424 测定结果	RSD (%)	单位
Ba	0.0012	455.403	520±43	523	0.33	613±12	612	0.25	μg/g
Cr	0.0020	206.149	75±5	75	2.8	58±2	57	1.4	μg/g
Mn	0.00080	257.610	520±24	526	0.45	681±13	689	0.09	μg/g
Ni	0.0012	231.604	33±3	36	2.2	26 ± 1	27	1.5	μg/g
Sr	0.00041	407.771	172±9	181	0.40	226 ± 5	227	0.28	μg/g
V	0.00083	292.402	90±12	88	2.0	74±3	75	1.3	μg/g
Zn	0.00053	213.856	61±5	59	0.49	60±4	63.7	1.3	μg/g
Ti	0.0026	334.941	0.424±0.023	0.420	0.55	0.427±0.006	0.427	0.09	%
Na_2O	0.14	589.592	1.28±0.05	1.25	0.39	2.14±0.06	2.13	0.43	%

结论

采用硝酸 – 氢氟酸封闭高压消解罐法前处理土壤和湖积物标准样品，使用 ICPE-9000 测定了湖积物 GBW07423 和松嫩平原土壤 GBW07424 标准物质中的多种金属元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好 (r>0.9999)，RSD<1.5 %，测定结果准确，分析结果与标准值相吻合，一次进样，可同时测定土壤和湖积物中的多种金属元素。