

# ICP-AES 法测定水系沉积物中的常微量元素

## ICP-105

**摘要：**采用混合酸（硝酸－盐酸－氢氟酸－高氯酸）敞开消解方法前处理水系沉积物样品，ICP-AES 标准曲线法测定了水系沉积成分分析物国家标准物质 GBW07318（GSD-14）中的多种常微量元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好， $r>0.9995$ ，方法检出限低，精密度高， $RSD<2.0\%$ ，分析结果与标准值相吻合，可同时准确测定水系沉积物中的多种元素。

**关键词：**地质 水系沉积物 常微量元素 ICP-AES 四酸消解

水系沉积物是指河流、溪沟，其中包括干沟和一些河流改道后形成的古河流中的物质在水动力变化的作用下，经过漫长时间沉积富集后形成的地质构成。通过水系沉积物的化学测量，准确分析水系沉积物中化学元素的分布，研究其分散、集中规律，不但可以通过解释与

评价异常来指导地质勘查，帮助找矿，还可以为研究整个地球物质的迁移提供最基础的资料。本文使用 ICP-AES 标准曲线法测定了水系沉积物成分分析国家标准物质 GBW07318（GSD-14）中的常量及微量元素。

### 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

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用  $HNO_3$ 、 $HF$ 、 $HClO_4$  和  $HCl$  试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

#### 1.3 样品的前处理

准确称取 0.1000 g 样品，精确至 0.0002 g，于 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中用少量水润湿，加入 3 mL 盐酸和 2 mL 硝酸，加盖置于电热板上，于 110℃ 分解 2 h，取下后加入 3 mL 氢氟酸和 1 mL 高氯酸。加盖在电热

板上，断电余热保温，过夜。将电热板升温至 130℃，继续分解样品 2 h。揭盖升温至 150℃ 赶酸至冒高氯酸烟，样品呈湿盐状时加入 5% 王水 1 mL，继续赶酸。反复 3 次，待高氯酸烟冒尽，取下，在坩埚中加入浓盐酸 5.0 mL，在电热板上复溶 15 min，补充浓硝酸 1.5 mL，在电热板上冷却至室温，定容到 25 mL。部分元素稀释 10 倍后测定。

#### 1.4 仪器参数

对于主含量元素的检测，适合采用轴向和纵向观测方式，可获得较大线性范围，实现高低元素含量同时分析。本试验的仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	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 标准曲线溶液配制

配制 Ba、Cr、Cu、Ga、Mn、P、Sr、Ti、V 和 Zn 的不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，配制 Al、Na、K 和 Mg 的不同浓度标准溶液于另外 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	观测 方向	波 长 (nm)	标准曲线浓度(mg/L)									
			Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8	STD9
Ba	纵向	455.403	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
Cr	轴向	267.716	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
Cu	轴向	324.754	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
Ga	轴向	294.364	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	--	--	--	--	--
Mn	轴向	260.569	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
P	轴向	177.499	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
Sr	纵向	407.771	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
Ti	轴向	337.280	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
V	轴向	292.402	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
Zn	轴向	213.856	0.00	0.1	0.5	1.0	2.5	5.0	--	--	--	--
Al	纵向	396.153	0.00	--	--	--	--	5.0	10.0	20.0	50.0	100.0
Na	纵向	589.592	0.00	--	--	--	--	5.0	10.0	20.0	50.0	100.0
K	纵向	769.896	0.00	--	--	--	--	5.0	10.0	20.0	50.0	100.0
Mg	纵向	285.213	0.00	--	--	--	--	5.0	10.0	20.0	50.0	100.0

2.2 部分元素标准曲线:

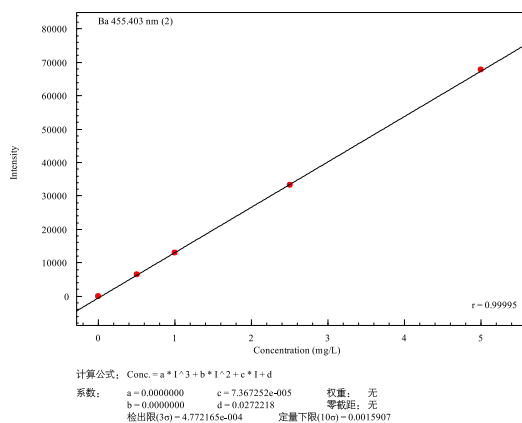


图 1 Ba 元素的标准曲线

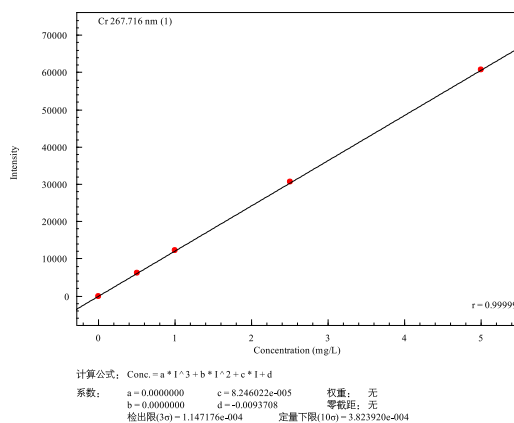


图 2 Cr 元素的标准曲线

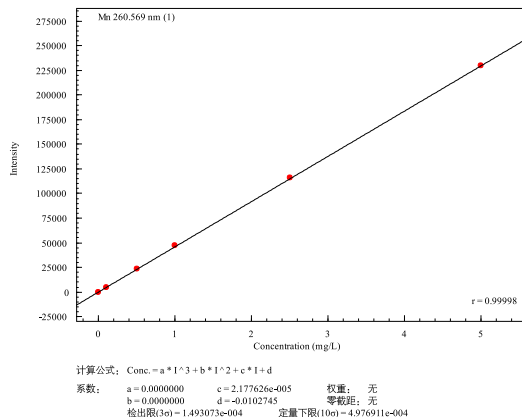


图 3 Mn 元素的标准曲线

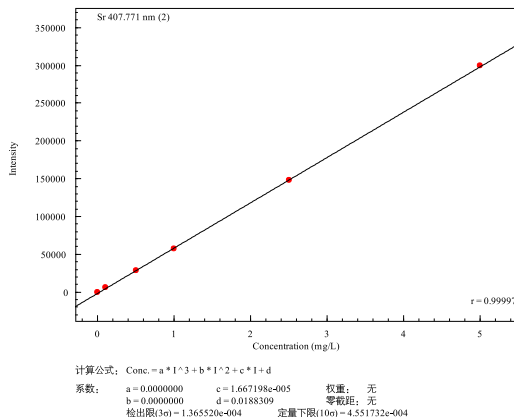


图 4 Sr 元素的标准曲线

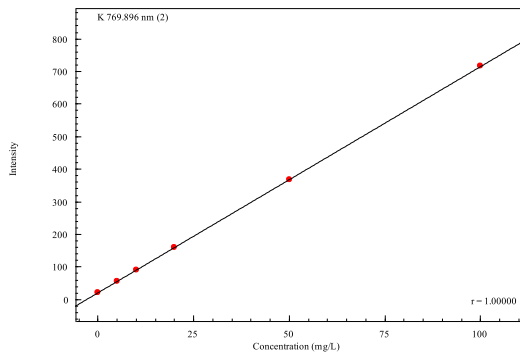


图 5 K 元素的标准曲线

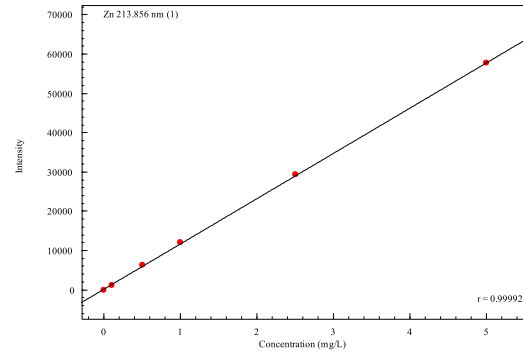


图 6 Zn 元素的标准曲线

### 2.3 部分元素谱线轮廓

多元素同时分析时，因为发出的谱线数量非常多，所以谱线可能存在重叠（称为光谱干扰）。当样品中含多种组分并存在光谱干扰时，岛津 ICPESolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能，可根据各元素波长灵敏度 and 信噪比以及谱线间相互干扰情况，自动选择最佳波长。

Ba 455.403 Best

条件2

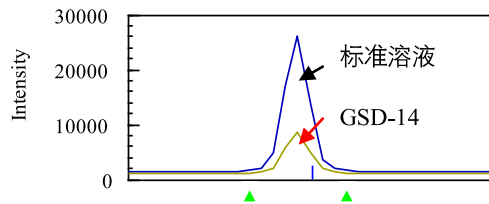


图 7 Ba 元素谱峰轮廓图

Cr 267.716 Best

条件1

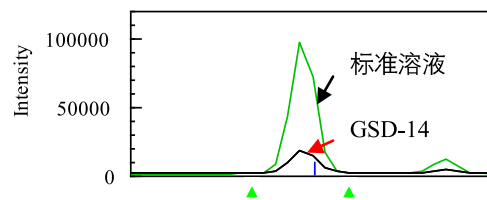


图 8 Cr 元素谱峰轮廓图

Mn 260.569 Best

条件1

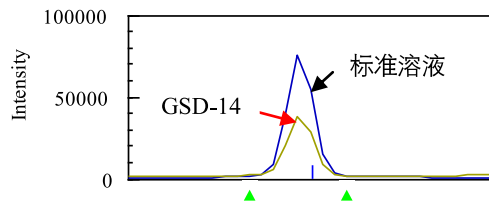


图 9 Mn 元素谱峰轮廓图

Sr 407.771 Best

条件2

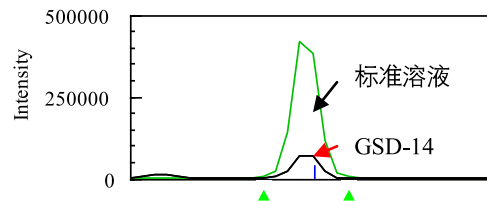


图 10 Sr 元素谱峰轮廓图

K 769.896 Best

条件2

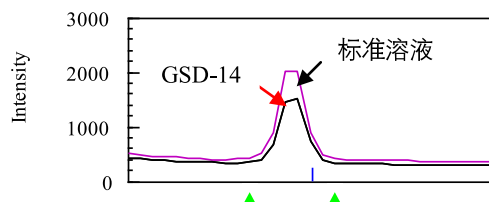


图 11 K 元素谱峰轮廓图

Zn 213.856 Best

条件1

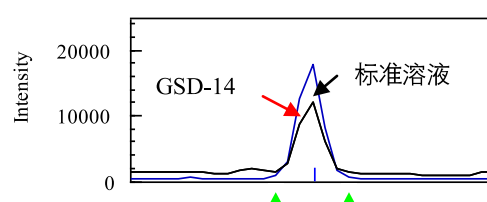


图 12 Zn 元素谱峰轮廓图

#### 2.4 样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量水系沉积物 GBW07318(GSD-14) 中多金属元素的含量。对样品空白的分析元素进行 10 次测定，软件中设置 [ 显示定量下限 ]，标准曲线自动计算各元素的检出限 ( $3\sigma$ )。实验结果见表 3。

表 3 水系沉积物 GBW07318 样品分析结果

元素	方法检出限 (mg/L)	GBW07318 标准值	测定结果	单位	RSD (%)
Ba	0.0005	760±47	776	µg/g	0.56
Cr	0.0001	243±16	227	µg/g	1.24
Cu	0.001	66±6	68.1	µg/g	0.19
Ga	0.002	25±3	27.8	µg/g	1.00
Mn	0.0002	1230±82	1250	µg/g	0.28
P	0.02	1000±30	1020	µg/g	0.49
Sr	0.0001	216±6	218	µg/g	0.10
Ti	0.0005	14400±500	13900	µg/g	0.10
V	0.0003	190±25	195	µg/g	1.43
Zn	0.0003	165±15	160	µg/g	0.24
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.03	13.39±0.16	13.49	%	0.29
Na <sub>2</sub> O	0.03	2.0±0.1	2.0	%	1.85
K <sub>2</sub> O	0.40	2.3±0.1	2.25	%	0.28
MgO	0.001	3.4±0.1	3.48	%	0.66

## 结论

采用混合酸（硝酸 - 盐酸 - 氢氟酸 - 高氯酸）敞开消解方法前处理水系沉积物样品，ICP-AES 法测定了水系沉积物成分分析国家标准物质 GBW07318(GSD-14) 中的多种常微量元素的含量。该方法检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合，适用于水系沉积物中的多种常微量元素的定量分析。