

EDX-ALTRACE 快速筛选分析土壤和沉积物中无机元素含量

EDX-120

摘要：参考标准 HJ 780-2015 《土壤和沉积物 无机元素的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》方法及要求，使用岛津 EDX-ALTRACE 能量色散型 X 射线荧光光谱仪建立土壤和沉积物中常见的无机元素工作曲线，使用岛津 EDX-ALTRACE 能量色散型 X 射线荧光光谱仪建立土壤中无机元素工作曲线，进行前期的快速无损分析，方法检出下限低、精确度高，重复性好，可为土壤和沉积物的分析提供数据参考，大大提高检测效率。方法无需化学前处理，对环境友好，是一种快速分析土壤和沉积物中无机元素含量的有效方法。

关键词：能量色散型 X 射线荧光光谱仪 土壤和沉积物 元素含量分析

技术特点：

- ❖ 快速无损分析，操作简单，无需化学前处理，对环境友好。
- ❖ EDX-ALTRACE 灵敏度高，检出下限低、精确度和重复性好，样品处理简单，使用成本更低。

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，HJ 780-2015 《土壤和沉积物 无机元素的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》作为国家环境保护标准，规定了测定土壤和沉积物中 25 种无机元素和 7 种氧化物的波长色散 X 射线

荧光光谱法分析。现使用岛津 EDX-ALTRACE 能量色散型 X 射线荧光光谱仪建立土壤和沉积物中无机元素的工作曲线，对土壤和沉积物中无机元素含量进行快速分析，无需化学前处理，对环境友好，可快速分析土壤和沉积物中无机元素的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-ALTRACE 能量色散型 X 射线荧光光谱仪。

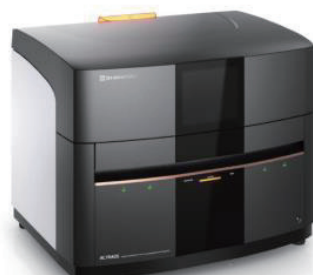


图 1 EDX-ALTRACE

1.2 分析条件

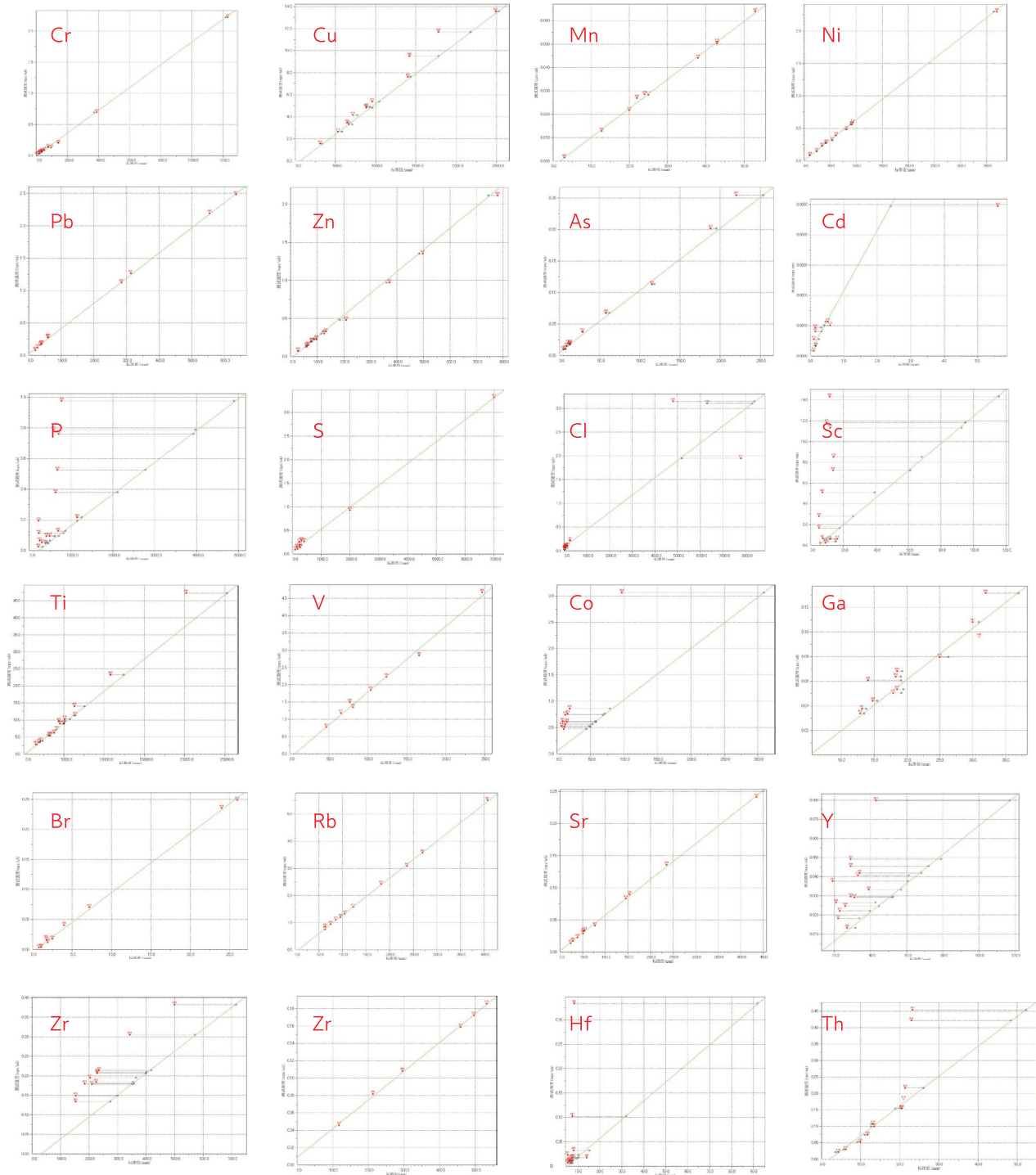
氛 围：	真空	D T (%)：	40
电 压 (kV)：	15, 30, 50, 65	滤 光 片：	1#、2#、5#、6#
电 流 (uA)：	自动	分析时间 (s)：	100*4

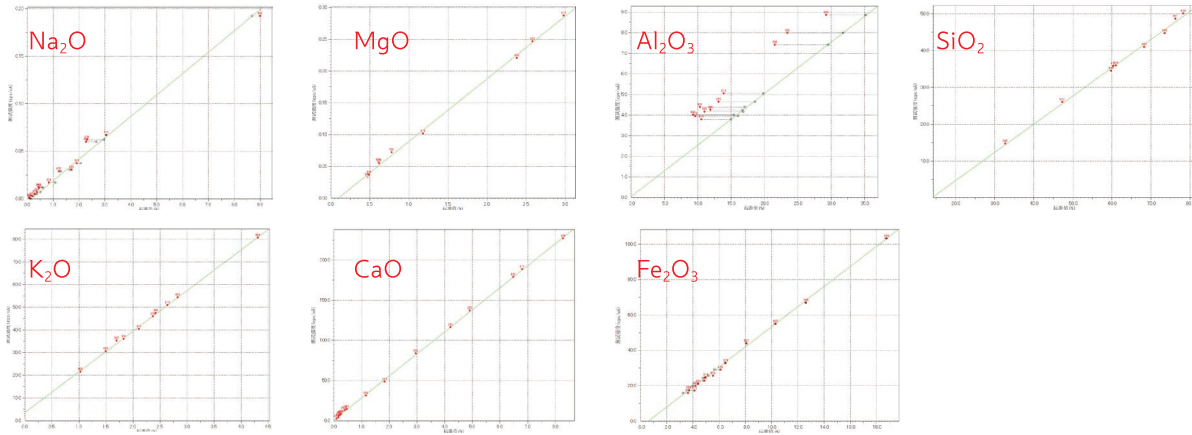
■ 样品前处理

土壤和沉积物样品烘干后直接压片分析。

■ 结果与讨论

3.1 采用国家土壤和沉积物标物（编号为 GSD12, GSD7A, GSD8A, GSS04, GSS05, GSS06, GSS07, GSS17, GSS20, GSS23, GSS24, GSS27, GSS28）建立土壤和沉积无机元素的工作曲线，元素工作曲线如下图：





说明：部分元素进行了基体校正及重叠元素校正。

图 2 元素校准曲线

3.2 元素检出限

连续 10 次分析硼酸空白样品，3 倍标准偏差作为检出限。

表 1 主量外元素的检出限 (mg/kg)

项目	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn	As	Cd
检出限	1.2	3.0	1.5	4.5	0.9	1.5	4.2	0.6
项目	P	S	Cl	Sc	Ti	V	Co	Ga
检出限	25	12	38	0.2	5.1	0.3	0.6	0.6
项目	Br	Rb	Sr	Y	Zr	Ba	Hf	Th
检出限	0.5	0.3	3.3	1.5	2.8	45	1.2	0.3

3.3 复重性分析

选择参考样进行连续 10 次分析，进行工作曲线的重复性试验。

表 2 重复性 (mg/kg)

项目	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn	As	Cd
平均值	44.8	24.7	910	23.0	560	790	2036	5.7
R	2.3	1.9	5.8	2.6	4.1	3.9	41.1	1.3
SD	0.70	0.70	1.70	0.80	1.20	1.20	13.90	0.40
C.V(%)	1.60	2.70	0.20	3.50	0.20	0.20	0.70	7.00
项目	P	S	Cl	Sc	Ti	V	Co	Ga
平均值	607	489	N.D.	10.7	3926	85.4	12.1	25.5
R	114	20.4	-	0.9	26.4	0.7	1.7	1.1
SD	33.20	7.70	-	0.20	8.80	0.20	0.50	0.30
C.V(%)	5.50	1.60	-	2.30	0.20	0.30	4.40	1.30

项目	Br	Rb	Sr	Y	Zr	Ba	Hf	Th
平均值	N.D.	68.4	269	26.9	193	533	5.7	8.4
R	-	1.0	4.8	3.1	7.9	35.5	1.0	0.3
SD	-	0.30	1.80	0.90	2.15	12.60	0.30	0.10
C.V.(%)	-	0.40	0.70	3.50	1.11	2.40	4.90	1.30
项目	Na ₂ O*	MgO*	Al ₂ O ₃ *	SiO ₂ *	K ₂ O*	CaO*	Fe ₂ O ₃ *	
平均值	2.3	2.7	10.8	67.2	1.8	3.0	4.3	
R	0.2	0.1	0.2	0.3	0.1	0.1	0.1	
SD	0.07	0.03	0.05	0.07	0.002	0.002	0.005	
C.V.(%)	3.18	0.95	0.44	0.11	0.08	0.07	0.12	

说明：1) N.D.: 表示没有检测到；2) *: 氧化物的单位为 %。

3.4 实际样品对照分析

3.4.1 使用土壤标样 GBW074447(GSD-18) 进行对照分析。

表 3 实际样品对照分析 (mg/kg)

项目	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn	As	Cd
测试值	51.2	22.0	493	24.6	18.8	63.2	13.5	0.2
标准值	55.0	19.5	529	25.0	20.0	63.0	10.7	0.2
r	4.8	2.5	36.0	0.4	1.2	0.2	2.8	0.0
项目	P	S	Cl	Sc	Ti	V	Co	Ga
测试值	610	7016	7720	9.8	3299	68.5	7.0	13.7
标准值	587	7000	7800	9.7	3200	66.0	10.2	13.2
r	23.0	16.0	80.0	0.1	99.0	2.5	3.2	0.5
项目	Br	Rb	Sr	Y	Zr	Ba	Hf	Th
测试值	7.6	87.2	261	23.8	215	453	6.7	8.7
标准值	7.2	86.0	242	23.0	204	459	5.8	9.9
r	0.4	1.2	19.0	0.8	11.0	6.0	0.9	1.2
项目	Na ₂ O*	MgO*	Al ₂ O ₃ *	SiO ₂ *	K ₂ O*	CaO*	Fe ₂ O ₃ *	
测试值	3.13	2.60	10.56	60.62	2.05	6.84	3.78	
标准值	3.05	2.58	10.56	60.40	2.11	6.80	3.63	
r	0.08	0.02	0.00	0.22	0.06	0.04	0.15	

说明：1) $r = | \text{测试值} - \text{参考值} |$ ；2) *: 氧化物的单位为 %。

3.4.2 使用水系沉积物标样 GBW07311(GSD-11) 进行对照分析。

表 4 实际样品对照分析 (mg/kg)

项目	Cr	Cu	Mn	Ni	Pb	Zn	As	Cd
测试值	35.1	81.7	2483	17.5	632	365	192	4.0
标准值	40.0	79.0	2490	14.3	636	373	188	-
r	4.9	1.7	7.0	3.2	4.0	8.0	4.0	-
项目	P	S	Cl	Sc	Ti	V	Co	Ga
测试值	259	184	314	7.1	2015	47.1	9.5	20.5
标准值	255	170	290	7.4	2100	47.0	8.5	18.5
r	4.0	14.0	24.0	0.3	85.0	0.1	1.0	1.5
项目	Br	Rb	Sr	Y	Zr	Ba	Hf	Th
测试值	2.3	411	28.1	42.7	151	268	5.8	23.5
标准值	2.3	408	29.0	43.0	153	260	5.4	23.3
r	0.0	3.0	0.9	0.3	2.0	8.0	0.4	0.2
项目	Na ₂ O*	MgO*	Al ₂ O ₃ *	SiO ₂ *	K ₂ O*	CaO*	Fe ₂ O ₃ *	
测试值	0.48	0.65	10.45	76.64	3.08	0.50	4.34	
标准值	0.46	0.62	10.37	76.25	3.28	0.47	4.39	
r	0.02	0.03	0.08	0.39	0.20	0.03	0.05	

说明：1) $r = | \text{测试值} - \text{参考值} |$; 2) *: 氧化物的单位为 %。

■ 结论

岛津 EDX-ALTRACE 能量色散型 X 射线荧光光谱仪能够对土壤和沉积物中无机元素含量进行快速分析, 具体操作简单方便快捷、无须化学前处理、对环境友好、检出下限低、精确度高、重复性好的优点, 适用于土壤和沉积物中无机元素快速筛查分析。

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