

FHZDZTR0137 土壤 硅 铝 铁 钙 镁 钾 钠 钛 锰 磷等 10 个主元素的测定 ICP 多道直读光谱法

## F-HZ-DZ-TR-0137

### 土壤—硅、铝、铁等 10 个主元素的测定—ICP 多道直读光谱法

#### 1 范围

本方法适用于地质类型样品、土壤样品中主要成份硅、铝、铁、钙、镁、钾、钠、钛、锰、磷的测定。如果以氧化物表示及另取样测定灼烧失量和其他微量元素，可得样品全量分析结果，百分总和为 99~101 之间。

#### 2 原理

用电感耦合等离子体(ICP)作为激发光源，由于 ICP 光源的稳定性好和线性动态范围宽的特点，对测定地质类型样品、土壤样品中主成份，提供了很好的条件。试样用偏硼酸锂熔融，熔融物趁热倒入滚动的压片机压成薄片，用王水溶解后，就可直接测定，方法简便，快速，分析结果好。

#### 3 试剂和材料

3.1 分析纯偏硼酸锂( $\text{LiBO}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )，700℃脱水，磨细待用。

3.2 王水，硝酸+盐酸=1+3。

3.3 石墨坩埚。

3.4 专用压片机。

3.5 镉 1mg/mL 溶液。

#### 4 仪器

4.1 ICP-AES 多道直读光谱仪，0.75m，光栅刻线 2400/mm，通道数 60+1，配有计算机，有光谱移位器，自动背景校正和进行元素间干扰校正软件。

4.2 射频发生器，输出功率 1000W，反向功率<5W。

4.3 高盐雾化器，蠕动泵进样。氩气流量：冷却气 17L/min，载气 0.4L/min，试液提升量 3mL/min，积分时间 15s。

#### 5 试样的制备

将样品粉碎至粒度  $100\mu\text{m}\sim 74\mu\text{m}$ ，在干净的房间风干。称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

#### 6 操作步骤

##### 6.1 试样溶液的制备

称取 0.05g 土样(精确至 0.0001g)，置于 10mL 石墨坩埚中，加 0.125g 偏硼酸锂，搅匀。放入 1000℃高温炉中熔融 15min。取出坩埚，立即将熔融物倒入滚动的压片机中压成薄片，将薄片放入装有 15mL 王水的烧杯中，在搅拌机上搅拌数分钟至熔融物完全溶解，移入 25mL 比管中，加入 25 $\mu\text{L}$  1mg/mL 的镉溶液作内标，用王水(5+95)稀释至刻度，摇匀待用。

##### 6.2 标准溶液的制备

取国家级 GBW0703 标准物质，与试样同样进行化学处理，所得溶液作为校准曲线的高点，以试剂空白溶液作为低点。

##### 6.3 分析线对如下：

Si 251.612nm/Cd 228.802nm  
Al 308.216nm/Cd 228.802nm  
K 766.491nm/Cd 228.802nm  
P 214.911nm/Cd 228.802nm

|              |   |      |
|--------------|---|------|
| Fe 259.940nm | } | 不用内标 |
| Ca 317.933nm |   |      |
| Mg 279.806nm |   |      |
| Ti 334.904nm |   |      |
| Mn 257.610nm |   |      |

待仪器稳定后，使软件进入程序，先用高标准溶液和低标准溶液进行标准化，然后分析试样，每测定 10 个试样后，加测一次监控样，以提高分析的准确度。通过软件对原始数据作干扰校正(只有磷作干扰校正，其他元素均无光谱干扰)和稀释因数处理后，由打字机打出分析结果。

## 7 结果计算

将测出各元素的结果，按下式进行水份校正。

$$w(x) = \frac{\rho}{m \times K}$$

$w(x)$ ——某个被测出元素的质量分数，mg/g。

$\rho$ ——测出元素的质量浓度，mg/g。

$m$ ——测定试样的质量，g。

$K$ ——水份系数。

## 8 精密度

用国家级 GBW0704 标准物质平行测定 10 次，求得各元素测定的 RSD%为：Si 0.5%，Al 1.2%，Fe 2.3%，Ca 2.7%，Mg 1.7%，K 1.8%，Na 1.9%，Ti 2.2%，Mn 3.0%，P 1.5%。

注 1：经过对国家级 25 个标准物质的分析，验证了精密度和准确度；本方法可以满足地质类型样品的分析，每人每天可完成 5 个样品。

注 2：当样品中 SiO<sub>2</sub> 含量达 90%时，需将熔剂与试样的比例改为 M 熔+M 样=3+1，否则硅的分析结果会偏低。

## 9 参考文献

- [1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析[M]第二分册(第三版). 北京：地质出版社，1991，255~256.