

## 成果与方法

# 电感耦合等离子体发射光谱仪在钡铍等多元素同时测定中的应用

王 卿

(山东省地质科学实验研究院, 山东 济南 250013)

**摘要:**采用多种酸溶矿(HCl - HNO<sub>3</sub> - HClO<sub>4</sub> - HF),利用电感耦合等离子体发射光谱仪,建立了适用于土壤、水系沉积物等样品中钡、铍等 19 种元素的同时测定方法。并用国家标准物质验证了方法的准确度和精密度,其相对误差均小于 10%,样品 12 次测定的 RSD 为 0.9%~5%。

**关键词:**电感耦合等离子体发射光谱仪;多元素;应用

**中图分类号:**O614.2;O657.31 **文献标识码:**A

应用新的测试方法开展多元素准确测定,对于研究元素从岩石—土壤—水—农作物(养殖物)—人体的生态循环过程,研究元素迁移途径和影响机理,进行农业地质、环境地质等评价,具有重要作用。目前开展的国土资源多目标地质调查工作,对土壤样品测定的准确度、精密度、检出限均提出了新的更高要求。同时,各类标准物质的研制定值也需要尽可能多的不同原理的高准确度分析方法提供分析结果,所以有必要在实际工作中研究建立灵敏度高、方法简便、快速、准确且成本低、适合大批量样品分析的多元素同时测定方法<sup>[1]</sup>。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与工作条件

美国热电公司产电感耦合等离子体发射光谱仪(IRIS Intrepid XSP)。

RF 发生器功率:1151 W,辅助气流量:0.5 L/min,同轴雾化器,漩流雾化室。雾化气压力:193.06 kPa,蠕动泵转速 110 r/min。曝光时间:短波 20 s,长波 5 s,曝光 2 次,取平均值。

### 1.2 试剂

HCl(GR),HNO<sub>3</sub>(GR),HClO<sub>4</sub>(GR),HF(GR)。

实验中均用去离子交换水,用光谱纯或标准物质配制成单元素标准储备液,然后逐次稀释成标准系

列,见表 1。

表 1 标准系列

序 号	化学成分	浓度(mg/L)
1	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ,CaO,MgO	500
2	K <sub>2</sub> O,Na <sub>2</sub> O	200
3	Cu,Pb,Zn,Ni,Cr	10.0
	Mn,BeO	20.0
	Co	5.0
4	Li	2.0
	Sr	4.0
	Ba	10.0
5	TiO <sub>2</sub>	125.0
	P	25.0
	V	5.0

### 1.3 分析步骤

样品预先在 105℃ 烘 3 h。

准确称取 0.125 g 样品于聚四氟乙烯坩埚中,加入少量蒸馏水润湿样品,然后加入 10 mL HCl,于电热板上加盖加热约 1h,再加入 8 mL HNO<sub>3</sub>,8 mL HF 和 1mL HClO<sub>4</sub>,加盖,放置过夜。揭盖冲洗盖,在电热板上继续加热至白烟冒尽,取下稍冷,加入 5 mL 去离子水,准确加入 4 mL HCl(1+1),摇动坩埚,继续加热至溶液清澈,取下冷却后,用去离子水定容至 25 mL,待测。

收稿日期:2005-07-28;修订日期:2005-08-20;编辑:孟舞平

作者简介:王卿(1974-),女,山东曹县人,工程师,从事岩矿测试工作。

## 2 结果与讨论

### 2.1 影响因素

(1) 用酸分解样品具有操作简便、盐量少、大量的硅易被除去等优点,但是一些矿物如刚玉、锆石、金红石、独居石等不能被上述酸溶解。

(2) 在用  $\text{HClO}_4$  分解样品时, Cr, V 可能会以  $\text{CrOCl}_3$ ,  $\text{VOCl}_3$  的形式挥发,导致样品测定结果偏低。

(3) 几乎所有的谱线强度都随功率的增大而增加。但功率过大也会带来背景辐射增强,信背比变差,检出限反而不能降低。为满足多元素同时测定的需要,经实验研究,RF 发生器功率采用 1151W 最为适宜。

(4) 对易激发又易电离的元素,可采用较高雾化器压力;对于较难激发的元素,最好采用较低雾化器压力,使气溶胶在通道中停留较长的时间,更有利于激发发射,实验得出雾化气压力采用 193.06 kPa 较为适宜。

(5) 由于光室温度易受外界温度、湿度影响,所以在测定过程中最好保持温度、湿度恒定。为确保样品测定结果的准确度,每测定 40~50 件样品后,需重新测定标准,制作工作曲线。

### 2.2 方法的检出限

采用拟定的分析步骤,对样品的空白溶液连续测定 12 次,以标准偏差 ( $S$ ) 的 3 倍计算其方法的检出限,其结果见表 2。

表 2 测定化学成分的检出限

化学成分	检出限	化学成分	检出限
Ba	1.0	Mn	0.04
Be	0.01	$\text{Na}_2\text{O}$	0.001
CaO	0.009	Ni	0.04
Co	0.4	P	5.0
Cr	0.4	Pb	1.0
Cu	0.5	Sr	0.5
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.001	Ti	3.0
$\text{K}_2\text{O}$	0.009	V	0.5
Li	0.08	Zn	0.05
MgO	0.006		

注:氧化物为  $10^{-2}$ ;元素单位为  $10^{-6}$ 。

### 2.3 方法的精密度与准确度

按上述方法和条件,对 GBW07401 等 5 个国家一级标准物质进行了 12 次连续测定,其精密度 ( $RSD\%$ ) 为 0.9%~5%,。准确度 ( $RE\%$ ) 均小于 10%。其分析结果见表 3。

表 3 国家一级标准物质分析对照结果

组分	GBW07401		GBW07427		GBW07429		GBW07404		GBW07408	
	推荐值	测定值	推荐值	测定值	推荐值	测定值	推荐值	测定值	推荐值	测定值
Ba 455.4	590	580	500	476	716	700	213	214	480	470
Be 234.8	2.5	2.5	1.9	1.9	2.7	2.7	1.85	1.97	1.9	2.0
CaO 445.5	1.72	1.72	5	4.95	1.53	1.55	0.26	0.27	8.27	8.17
Co 28.6	14.2	13	11.3	10.5	17.6	16.5	22	22	12.7	11.9
Cr 283.5	62	60	65	59	87	80	370	360	68	63
Cu 324.7	21	19	21.6	20	37	35	40	36	24.3	23
$\text{Fe}_2\text{O}_3$ 259.8	5.19	5.23	4.11	4.10	6.44	6.44	10.3	10.13	4.48	4.42
$\text{K}_2\text{O}$ 766.4	2.59	2.47	2.27	2.16	2.36	2.24	1.03	1.01	2.42	2.33
Li 670.7	35	34.5	31.5	32.3	44	44	55	55	35	37.6
MgO 285.2	1.81	1.98	2.05	2.20	1.80	1.82	0.49	0.51	2.38	2.47
Mn 257.6	1760	1638	580	525	963	873	1420	1369	650	586
$\text{Na}_2\text{O}$ 589.5	1.66	1.60	1.86	1.83	1.26	1.24	0.11	0.10	1.72	1.72
Ni 231.6	20.4	19	28.5	27	41	37	64	60	31.5	29.1
P 214.9	735	696	833	765	560	539	695	655	775	720
Pb 220.3	98	89	21.6	21	38	36	58	54	21.0	19.9
Sr 346.4	155	145	195	181	115	106.2	77	74	236	215
Ti 283.2	4830	4356	3820	3470	5270	4868	10800	10100	3800	3448
V 292.4	86	81	74	68	119	113	247	237	81	75
Zn 213.8	680	632	65	63	94	92	210	205	68	66

注:氧化物为  $10^{-2}$ ;元素单位为  $10^{-6}$ 。

### 3 结论

本文采用 4 酸分解样品,用电感耦合等离子体发射光谱仪法同时测定常量和微量元素。实践证明,该方法具有多元素同时测定、线性范围宽、精密度和准确度高、速度快等优点,是目前地质、环境等样品常量和微量元素分析的一个较理想和实用的分

析方法,同时也适用于多目标地球化学调查中土壤、水系沉积物等地质样品中 Ba,Be 等 19 种元素的同时测定。

### 参考文献:

- [1] 李冰. 封闭酸溶—电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定地质样品种硼砷硫[J]. 岩矿测试,2003.22(4):241.

## Application of Inductive Coupling Plasma Emission Spectrograph in Determing Many Elements at the Same Time

WANG Qing

(Shandong Institute and Laboratory of Geological Sciences, Shandong Jinan 250013, China)

**Abstract** :By using many kinds acids to solute minerals, using inductive coupling plasma emission spectrograph, method for determing 19 kinds of elements, such as Ba and Be at the same time is established. Precision of this method is tested by national standard matters, and relative error is less than 10%, RSD value which is determined by 12 times is 0.9% ~ 5%.

**Key words** :Inductive coupling plasma emission spectrograph; multi - elements; application

(上接第 51 页)

- [8] 王良健,包浩生,彭补拙. 基于遥感与 GIS 的区域土地利用变化的动态监测与预测研究[J]. 经济地理,2000,20(2):47-51.
- [9] 田光进,张增祥. 基于遥感与 GIS 的北京市土地利用动态演化模式研究[J]. 遥感信息,2003,(1):7-10.
- [10] 李磊,李小娟. 基于 GIS 和 RS 的县级土地利用动态监测系统研究[J]. 地理学与国土研究,2001,17(2):28-32.
- [11] 李德仁. 论 RS, GPS 与 GIS 集成的定义、理论与关键技术[J]. 遥感学报,1997,1(1):64-68.
- [12] 黄杏元,马劲松,汤勤. 地理信息系统概论[M]. 北京:高等教育出版社,2003,4.
- [13] 颜耀文,徐建华. 基于 3S 技术的土地详查方法创新[J]. 国土资源遥感,2002,(2):5-9.
- [14] 吴薇,颜长珍. 应用遥感和 GIS 技术进行西北地区土地资源调查[J]. 中国沙漠,2000,20(2):229-231.

## Present Condition and Trend of 3“S” Technology Application in Land Resources Management

SONG Yong - jun, LIU Bao - dong

(No. 2 Mapping Institute, Shandong Jinan 250013, China)

**Abstract** :On the basis of land resource survey, present condition of land utilization and dynamic monitoring, land resource evaluation, total plan of land utilization, eco - environmental problems of land - using and land managing information system, present condition of "3S" technology application in land resource management is explained in this paper. Combining with "3S" technology development, application trend of land using is studied in this paper

**Key words** : "3S" technology; Land resources management; present condition and trend of application