

6.1 试样溶液的制备

称样 0.1g 风干土样(精确至 0.0001g), 置于聚四氟乙烯坩埚中, 加 3mL 盐酸, 2mL 硝酸, 在特制铝电热板上加热, 于 110℃ 保持 1.5h。向坩埚中加 3mL 氢氟酸, 1mL 高氯酸, 加盖, 在电热板上利用余热放置过夜。然后在 130℃ 加热分解 2h, 打开坩埚盖, 于 150℃ 赶去氢氟酸至高氯酸白烟冒尽。加 1.5mL 盐酸(1+1), 0.5mL 硝酸(1+1), 溶解盐类后移入 10mL 比色管, 用水稀释至刻度, 此时的酸度为王水(1+9)。摇匀待测。

6.2 标准溶液的制备

采用光谱纯金属或盐配制单个元素的标准贮备液, 然后根据相互有化学或光谱干扰的一些元素不能放在一起的原则, 组合成 7 组酸度为王水(1+9)的标准溶液(见表 2)。

表 2 标准溶液分组及元素浓度 (μg/mL)

编号	元素	浓度
1	王水(1+9)溶液(含所有痕量元素)	0.01
2	Al	500
	Fe Ca Mg K	250
	Ti Na	100
3	Ba Bi Co Mn Pb Sr Zn	10
4	Be Li Ni Mo Th Zr	10
5	Cd Cr Cu P Sc	10
6	Ce Ga La Nb Ta V Y	10
7	Dy Gd Nd Sn Yb	5

6.3 分析线, 背景扣除情况及干扰元素校正因数见表 3。

表 3 分析线, 背景扣除情况及干扰元素校正因数

元素波长(nm)	背景扣除情况	干扰元素校正因数 K 值
Al 308.215		
Ba 493.409		
Be 234.261	扣左边	Fe 0.00027
Bi 223.061	扣右边	Fe 0.00008, Mg 0.00007
Ca 317.933		
Cd 228.802	扣左边	
Ce 418.659	扣右边	Zr 0.0346, Ti-0.0087
Co 228.616	扣两边	Ti 0.0014
Cr 267.716	扣右边	
Cu 324.754	扣右边	Nb 0.0103, Mo 0.000078, Fe 0.00017
Dy 353.171	扣右边	Mn 0.00275, V-0.0017, Ce 0.0012
Fe 259.940		
Ga 294.364	扣右边	Mn-0.0094, Ti-0.0034, Fe 0.0002
Gd 364.619	扣右边	Ce-0.022, Ti 0.0014, Cr 0.00034
K 766.490		
La 379.477	扣右边	Ce 0.0052, Fe 0.0002
Li 670.784		
Mg 279.079		
Mn 257.610	扣右边	Fe-0.00032
Mo 202.030	扣左边	Fe-0.00019
Na 588.995		
Nb 271.662		Mo 0.015, Zr 0.0079, Fe 0.006, Mn 0.0045, Mg 0.0029, Ti 0.0028
Nd 386.341	扣右边	Th 0.188, Nb-0.0268, Ce-0.008, Ti-0.0038, Mn 0.0025
Ni 231.204	扣左边	
P 214.914		Al 0.0037, Mg 0.0019, Fe 0.0019
Pb 220.353	扣右边	Nb 0.017, Cr-0.0013, Al 0.00075, Ti 0.00052
Sc 361.384		
Sm 442.434	扣右边	Cr 0.0009, Ti 0.00043, Nb-0.0003
Sr 421.552		
Ta 240.063	扣左边	
Th 401.913	扣左边	Ce 0.0542
Ti 334.941		
V 292.402	扣左边	Cu 0.00195, Mo-0.0056
Y 371.030		
Yb 328.937	扣左边	
Zn 213.856	扣左边	Cu 0.00458
Zr 343.823	扣两边	

待仪器工作条件最佳化后，使软件进入程序，先用标准两点法进行标化，然后分析试样，每隔 10 个试样，加测一次监控样，对分析过程的质量进行监控。通过软件对原始数据进行背景扣除，谱线干扰校正和稀释因数换算后，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， $\mu\text{g/g}$ 。

ρ ——测出元素的质量浓度， $\mu\text{g/g}$ 。

m ——测定试样的质量， g 。

K ——水份系数。

8 精密度

经三周内 10 次独立分析 GBW 07301—GBW 07308 标准物质的分析结果统计，主要元素及次要元素的 RSD% 为 2%~5%，痕量元素为 5%~10%，在接近测定限时约为 20%。

注 1：本法用混合酸溶解样品，适合于各种土壤样品中多元素的同时测定。

注 2：当干扰元素对分析元素的激发是负影响时，校正因数 K 值为负值。

注 3：酸分解样品的优点是操作简便，大量二氧化硅除去，盐量减少，但铅、铌、铬等元素往往分解不完全，测定结果可能偏低。

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, 242—244.
- [2] 殷宁万等. 化探样品的等离子体直读光谱分析. 岩石矿物及测试, 1984, 3(1): 65.