

F-HZ-DZ-TR-0143

土壤—硼的测定—电弧光谱法

1 范围

本方法适用于土壤、水系沉积物、硅酸盐岩石、煤灰中硼的测定。测定范围质量分数为 $w_B/10^{-2}$ 0.0001~1.0。

2 原理

用碳电弧激发光谱测定硼。由于硼在碳电弧高温下易与碳化合生成碳化物，沸点高于 3500℃，硼不易被激发，检出限很差。本法选择了不同量的硫酸钾，锌粉，氯化银作缓冲剂，能达到很好地抑制造岩元素的蒸发，促进硼提前蒸发，分馏效应明显，较好地解决了低含量硼的测定。

3 试剂和材料

3.1 硫酸钾。

3.2 锌粉。

3.3 二氧化锡

3.4 氯化银。

3.5 直径 6mm 光谱纯石墨电极，上电极为圆柱型，直径 3mm，长 12mm。下电极孔深 3mm，孔径 3.5mm，壁厚 0.6mm（低含量组）；孔深 3mm，孔径 2.5mm，壁厚 0.6mm（高含量组）。

3.6 光谱 I、II 型相板，分别用于高低含量组。

3.7 通用 A、B 型混合显影液及定影液。

3.8 硬质塑料制成的混样圆球盒。

3.9 直径 3.0mm 的不锈钢珠。

3.10 半对数坐标纸。

4 仪器

4.1 一米光栅光谱仪，刻线 1200/mm，闪跃波长 570nm，二级，使用中心波长 250nm，狭缝 8 μ m。三透镜照明系统，中间光阑 3.2mm（低含量组），2.0mm（高含量组）。

4.2 交直流两用电弧发生器，直流电弧阳极激发，电流 13A，曝光 80s。

4.3 测微光度计，狭缝 150 μ m，P 标尺，以 $\Delta P - \lg C$ 在半对数纸上绘制标准曲线。

4.4 实验室用震荡器。

5 试样的制备

将样品粉碎至粒度 100 μ m~74 μ 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 缓冲剂的配制

$m_{(K_2SO_4)} + m_{(Zn)} + m_{(AgCl)} + m_{(SnO_2)} = 52 + 40 + 8.0 + 0.25$ ，混合均匀。

6.2 试样粉末的制备

根据试样中硼的大致含量，称取 0.1g 土样，0.2g（低含量组）或 0.4g（高含量组）缓冲剂（均精确至 0.0001g）。置于塑料球盒上，加入小钢珠 2 粒，盖紧，在震荡器上混合均匀，取出，每个试样装两支电极，按操作条件摄谱。

6.3 相板处理

A、B 型混合显影液： $V_A + V_B = 1 + 1$ ，20℃显影 3min，定影至相板透明。

6.4 校准曲线的绘制

校准曲线分高低含量两组绘制，即 $w_B/10^{-2}$ 0.0001~0.02； $w_B/10^{-2}$ 0.01~1.0 两组。

取人工合成硅酸盐光谱分析标准物质 GBW07701, GBW07702, GBW07703, GBW07705, GBW07706, GBW07708 作为低含量组标准样; 高含量组标准样取 GBW07706, GBW07707, GBW07708, GBW07709; 但 $w_B/10^{-2}$ 0.3 和 1.0 的标准样, 则以 GBW07701 作为基体加入硼酸制成。标准试样与试样同样加入缓冲剂混匀, 每个标样装两支电极, 在同一块相板上摄谱。

分析线对: B I 249.73nm/Sn I 254.65nm, 以 $\Delta P-IgC$ 在半对数纸上作图, 直接从图上查出硼的质量分数。

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 ——测出元素的质量分数, $\mu\text{g/g}$ 。

m ——测定试样的质量, g 。

K ——水份系数。

8 精密度

本方法取两组的中间含量, 各平行测定 15 次, 低含量 RSD12%, 高含量 RSD7%。

注 1: 当土壤中含有机质高时, 弧烧时试样容易溅出, 影响分析结果; 此时应先将土样在 600°C 的高温炉内灼烧 1h, 除去有机质, 再取样分析, 然后将结果换算回原样。

注 2: 当土样中含碳酸盐成份较高或为石灰性土壤时, 测定结果显著偏低; 此时应将试样用 $\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{SiO}_2=3+1$ 作 1+1 稀释后, 再进行分析。

9 参考文献

[1] 岩石矿物光谱分析编写组. 岩石矿物光谱分析[M]. 北京: 地质出版社, 1974, 184~186.