

FHZDZTR0138 土壤 银 砷 铋 镉 锗 铟 铅 铋 锡 铊 铟 锌等 11 个元素的测定 电弧蒸馏法

F-HZ-DZ-TR-0138

土壤—银、砷、铋等 11 个元素的测定—电弧蒸馏法

1 范围

本方法适用于土壤，水系沉积物和硅酸盐岩石类样品的分析。下表是各元素的分析线及测定范围。

分析线(nm)	测定范围(μg/g)	分析线(nm)	测定范围(μg/g)
Ag 328.068	0.03~3	Pb 266.317	1~100
As 278.022	1~100	240.195	30~300
286.044	30~300	Sb 287.792	0.3~100
Bi 306.772	0.03~3	Sn303.412	0.1~10
289.798	1~30	266.124	10~300
Cd 326.105	0.1~30	Tl 276.787	0.1~10
Ge 265.118	0.1~30	Zn 328.233	3~100
In 303.936	0.01~3	277.098	30~300

2 原理

采用载体蒸馏法，交流电弧作为激发源，选用碘化铵，沉淀硫，硫酸钠和碳粉的混合物作为缓冲剂，大孔径“室电极”填装样品(见图 1)，在弧烧过程中，试样不直接接触弧焰，而是靠电极的热传导使易挥发元素蒸发，有效地增强了被测元素与基体元素的分馏效应，避免干扰和降低了被测元素的检出限。

3 试剂和材料

- 3.1 高纯度三氧化二铁，三氧化二铝，氧化钙，氧化镁，二氧化锰，硫酸钠，碘化铵。
- 3.2 石英粉。
- 3.3 沉淀硫。
- 3.4 石墨粉。
- 3.5 直径 6mm，8mm 光谱纯石墨电极。上电极为直径 6mm 的圆锥形，下电极φ6mm×15mm×1mm，气孔直径 1.3mm(见图 1)，在电极底下垫入 20mg 脱脂棉，压紧，滴入两滴硫酸钠(20g/L)溶液，烘干，待用。
- 3.6 光谱 I 型相板。
- 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。
- 3.9 直径 3mm 的不锈钢珠。
- 3.10 半对数坐标纸。

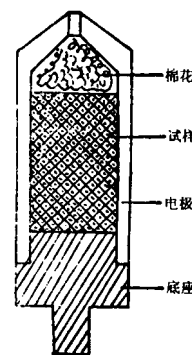


图 1 电极形状及装样情况

4 仪器

- 4.1 一米光栅光谱仪，刻线 1200/mm，狭缝 8μm，三透镜照明系统，中间光栏 5mm，中心波长 280nm。
- 4.2 交流电弧发生器，电流 14A，预燃 10s，曝光 50s。
- 4.3 测微光度计，P 标尺，狭缝 100μm。

4.4 实验用震动器。

5 试样的制备

将试样粉碎至粒度 $100\mu\text{m}\sim 74\mu\text{m}$ ，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，最后换算成烘干样结果。

6 操作步骤

6.1 缓冲剂的配制

$m_{\text{NH}_4\text{I}}+m_{\text{Na}_2\text{SO}_4}+m_{\text{沉淀硫}}+m_{\text{石墨粉}}+m_{\text{石英粉}}=7+5+3+10+75$ 混合均匀。

6.2 试样处理

称取 0.2g 风干土样(精确至 0.0001g)和 0.1g 缓冲剂，置于塑料球中，加入 2 粒小钢珠，盖紧，在震荡器上混匀后全部装入电极孔穴中，压紧，低于电极口约 5mm，装上底座，摄谱。

6.3 标准系列的配制

以 $m_{\text{Fe}_2\text{O}_3}+m_{\text{Al}_2\text{O}_3}+m_{\text{CaO}}+m_{\text{MgO}}+m_{\text{MnO}_2}+m_{\text{Na}_2\text{SO}_4}+m_{\text{石英粉}}=5+15+1+1+0.1+3+74.9$ 作为基体，并在 1100°C 高温炉内灼烧 12h，取出，磨细，待用。被分析元素均以氧化物状态加入基体中，配制成下表系列($\mu\text{g/g}$)。

元素	1	2	3	4	5	6	7	8
As Sb Cd Sn Pb Zn	0.1	0.3	1	3	10	30	100	300
Ag Bi Tl In Ge	0.01	0.03	0.1	0.3	1	3	10	30

标准系列与试样同样处理后，装入电极，在同一块相板上摄谱。

6.4 相板处理

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

6.5 标准曲线的绘制

用测微光度计先在分析线近旁无干扰的背景处调至 $-\infty$ ，然后测量出分析线的 P 值，以 $P\text{-log}c$ 在半对数纸上作图，直接从图上查出各分析元素的质量分数。

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 ——测出元素的质量浓度， $\mu\text{g/g}$ 。

m ——测定样品的质量，g。

K ——水份系数。

8 精密度

各元素测定的 RSD% 为 5~10 之间。

注 1：由于铅、银等元素容易被沾污，因此应严格按照规定的条件处理配标准基体，并在标准配制之后进行沾污量的校正。

注 2：当试样中含有 10% 以上的粘土矿物(如高岭土)时，铅、铊、铟、铋的分析结果将系统偏低。

9 参考文献

- [1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析[M]第二册(第三版). 北京：地质出版社，1991，203~204.
- [2] 沈瑞平. 稀有元素及其矿物量的光谱分析[M]. 南京：江苏科学技术出版社，1983，87~90.