

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2019.04.010

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法 测定高铁土壤中的铝

唐玉霜 苏卫汉 徐洪柳 邓述培

(湖南省有色地质勘查研究院,长沙 410000)

摘要 采用碱熔再酸化分解样品,电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定高铁土壤中的铝(Al)元素。通过逐级扩大线性范围的方式,选取测定高含量 Al 的合适谱线;在标准中逐级加入铁基体,考察了铁基体浓度从 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 到 80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时对测定 Al 的各谱线的干扰情况。用 ICP-AES 法对国家标准物质 GSS-1、GSS-2、GSS-3、GSS-4、GSS-5 进行测定,测定值与认定值的相对误差(RE)在 $-0.37\% \sim 0.31\%$,相对标准偏差(RSD, $n=5$)为 $0.26\% \sim 0.75\%$,获得了满意结果。

关键词 ICP-AES;高铁土壤;铝

中图分类号:O657.31;TH744.11 **文献标志码**:A **文章编号**:2095-1035(2019)04-0000-00

Determination of Al in High-iron Soil by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry(ICP-AES)

TANG Yushuang, SU Weihang, XU Hongliu, DENG Shupe

(Research Institute of Hunan Provincial Nonferrous Metals Geological Exploration Bureau,
Changsha, Hunan 410000, China)

Abstract Al in high-speed rail soil was determined by ICP-AES using alkali melting and acidification decomposition samples. By expanding the linear range step by step, the suitable spectral line for determining high content Al was selected. The interference of the iron matrix concentration from 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ to 80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ on the spectral lines of Al was investigated by adding the standard iron matrix gradually. The national standard substances GSS-1, GSS-2, GSS-3, GSS-4, GSS-5 were measured with ICP-AES, and the relative error(RE) between the measured value and the determined value was -0.37% to 0.31% . RSD($n=5$) is $0.26\% - 0.75\%$.

Keywords ICP-AES ; high-iron soil ; aluminum

收稿日期:2019-03-19 修回日期:2019-04-20

作者简介:唐玉霜,女,工程师,主要从事地质样品实验测试研究。E-mail: 316325279@QQ.com

本文引用格式:唐玉霜,苏卫汉,徐洪柳,等.电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定高铁土壤中的铝[J].中国无机分析化学,2019,9(4):-.

TANG Yushuang, SU Weihang, XU Hongliu, et al. Determination of Al in High-iron Soil by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry(ICP-AES)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(4):-.

前言

南方大部分地区分布的土壤是砖红壤、赤红壤、红壤、黄壤为主的铁铝土,即富铝土。我们知道富铝土是在热带和亚热带湿润气候条件下,土体中的铝硅酸盐矿物受到强烈分解,盐基不断淋失,而氧化铁、铝在土壤中残留和聚集所形成的土壤。而且南方富铝土分布区的地形以山地丘陵为主,“成土母质”为各种“酸性”和基性岩,并以富铝风化壳为主。土壤中含有大量铝的氢氧化物,土壤酸化后,可加速土壤中含铝的原生和次生矿物风化而释放大量铝离子,形成植物可吸收的形态铝化合物。植物长期和过量的吸收铝,会中毒,甚至死亡。因此有必要建立一种快速测定高铁土壤中铝含量的方法。

通常经典的化学分析方法测定 Al,分析周期长,过程复杂,成本高。电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法可同时测定多种元素,具有灵敏度高、干扰少、线性范围宽、测定速度快等优点,广泛应用于地质样品、冶金材料等领域^[1-6]。

本文采用碱熔再用酸分解样品,电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定高铁土壤中 Al。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

7000SERIES ICAP 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国赛默飞世尔科技有限公司),仪器发射功率 1 150 W,辅助气流量 0.5 L/min,雾化器气体流量 0.6 L/min,垂直观测高度 12 mm,样品冲洗时间 15 s,冲洗/分析泵速 60 r/min,短波积分时间 15 s,长波积分时间 6 s。

1.2 试剂

Al 标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)购自标准物质研究中心。氢氧化钠、盐酸均为优级纯,实验用水为二次去离子水。

1.3 样品分解

称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)样品于 5 mL 镍坩锅中,加几滴乙醇润湿样品,放入马弗炉中低温烘干,取出冷却,加入 0.5 g 氢氧化钠,置于马弗炉中,升温到 700 $^{\circ}\text{C}$,保温 20 min。取出稍微冷却,于 100 mL 烧杯中,用 20 mL 盐酸(1+1)浸取。洗干净坩锅,取出。将浸取液定容于 100 mL 容量瓶,摇匀。稀释 4 倍,待测。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线线性范围

考虑到土壤样品中 Al 含量在 5% 以上。配制 Al 标准系列,分为 3 个浓度范围,在仪器上分别绘制工作曲线。曲线 1)0.00、1.00、2.00、4.00、10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$;曲线 2)0.00、10.00、20.00、30.00、40.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$;曲线 3)0.00、20.00、30.00、40.00、50.00、60.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。在仪器上选取前 5 条谱线,采取线性拟合方式,得出如表 1 所示相关系数。

表 1 Al 测定相关系数

Al 谱线/nm	曲线(1)	曲线(2)	曲线(3)
	相关性系数	相关性系数	相关性系数
167.079	0.999 9	0.999 5	0.999 0
308.215	0.999 9	0.999 9	0.999 9
309.271	0.999 9	0.999 9	0.999 9
394.401	0.999 9	0.999 9	0.999 9
396.152	0.999 9	0.999 9	0.999 9

由表 1 可以看出当 Al 测定浓度大于 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时,Al 167.079 nm 谱线产生严重的自吸现象,工作曲线开始弯曲。其它 4 条谱线,当标准溶液浓度配制到 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时,工作曲线依然有很好的线性关系。

2.2 高铁基体干扰情况

参考国家标准物质 GSS1-16 土壤中 Fe 含量也很高。Fe 167.074 nm 谱线和 Al 167.079 nm 谱线非常接近,对测定 Al 会产生严重干扰。利用 Al 单标准系列 0.00、20.00、30.00、40.00、50.00、60.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 作标准曲线,在 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Al 中加入表 2 所示 Fe 基体,50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Al 实际测得结果见表 2。

表 2 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ AL 测定结果

Al 谱线/nm	加入 Fe 基体量/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$						
	20	30	40	50	60	70	80
167.079	50.13	50.56	51.74	52.61	53.15	53.78	53.80
308.215	50.22	50.12	50.36	50.24	50.11	50.09	50.04
309.271	50.18	50.11	50.14	50.12	50.01	50.16	50.03
396.152	50.03	50.11	50.12	50.14	50.06	50.15	50.14

由表 2 可以得出 Fe 只对 Al 的 167.079 nm 这条谱线测定有干扰,Al 308.215、309.271、396.152 nm 谱线都没有干扰。

2.3 准确度和精密密度实验

结合以上数据,准确称取 0.10 g(精确至 0.000

1 g)国家标准物质 GSS-1~GSS-5 按实验方法完全消解,定容于 100 mL 容量瓶中,摇匀,稀释 4 倍,使用曲线 2)作为工作曲线。每个样品做 5 个平行样测定后,选取 Al 309.271 nm 谱线的结果,准确度和精密度实验结果如表 3 所示。对标准物质测定的相对标准偏差为 0.26%~0.75%,重现性良好。

表 3 准确度和精密度实验结果

Table 3 Testing results of accuracy and precision ($n=5$)

标准物质	认定值	平均测量值	相对误差	相对标准偏差
GSS-1	7.50	7.51	0.13	0.64
GSS-2	5.46	5.44	-0.37	0.75
GSS-3	6.48	6.50	0.31	0.66
GSS-4	12.41	12.39	-0.16	0.32
GSS-5	11.24	11.25	0.09	0.26

2.4 样品分析和结果比对

按照实验方法测定 1~3 号土壤样品中 Al,并将测定结果与滴定法的测定结果进行对比。从表 4 可以看出,ICP-AES 法的测定结果与滴定方法无明显差异。表明用 ICP-AES 法测定高铁土壤中 Al 结果准确。

3 结论

南方大部分地区分布的土壤为富铝土。对于高含量的铝土,传统的滴定法测量时,干扰因素多,操作复杂,不利于批量的分析测试。采用碱熔再酸化的方式分解样品,再利用 ICP-AES 法测定高铁土壤中的铝操作简便,不受高铁基体的干扰。并且用来测定高铁土壤中的 Al 时相对滴定法操作更简便。

表 4 样品分析结果及不同方法的分析结果比对

Table 4 Comparison of sample analysis results and different methods

1# 样品		2# 样品		3# 样品	
ICP-AES 法	滴定法	ICP-AES 法	滴定法	ICP-AES 法	滴定法
9.86	9.82	7.66	7.70	5.44	5.51
9.85	9.84	7.64	7.68	5.46	5.49

参考文献

- [1]郭振华,张立英. ICP-AES 法测定岩石、土壤和水系沉积物中 22 种元素[J]. 化工矿产地质 (Chemical Mineral Geology), 2005, 27(4): 241-244.
- [2]王丹. 电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 法测定 NiCrAlYSi 合金中铝、硅、铁、钴、钛[J]. 中国无机分析化学 (Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry), 2018, 8(3): 45-49.
- [3]王铸,陈芝桂,于静,等. ICP-AES 在地质与环境样品分析中的应用[J]. 资源环境与工程 (Resources Environment

& Engineering), 2009, 23(2): 195-198.

- [4]王志远,李帆,王强,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 法测定钢中 Al 元素光谱干扰的研究[J]. 中国无机分析化学 (Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry), 2018, 8(5): 53-57.
- [5]曹立峰,连文莉,于亚辉. 雾化气流量对 ICP-AES 测定钾长石中钾、钠、钙、镁、铝、铁和钛的影响[J]. 冶金分析 (Metallurgical Analysis), 2014, 34(11): 73-76.
- [6]杨玉. 关于谱线自吸与自蚀的几点探讨[J]. 光谱实验室 (Spectral Laboratory), 1991(增刊 1): 24-27.