|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 13.080 |
| CCS | B 10 |

|  |
| --- |
| D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.pngGXAS |

团体标准

T/GXAS XXXXX—XXXX

土壤和沉积物 硼的测定 电感耦合等离子体质谱法

Soil and sediments—Determination of boron—Inductively coupled plasma mass spectrometry

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

广西标准化协会  发布

1. 前言

本文件参照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西壮族自治区地质矿产测试研究中心(自然资源部南宁矿产资源监督检测中心)提出、归口并宣贯。

本文件起草单位：广西壮族自治区地质矿产测试研究中心（自然资源部南宁矿产资源监督检测中心）、广东省矿产应用研究所（自然资源部放射性矿产资源检测中心）、国家地质实验测试中心、昆明学院、广西壮族自治区土壤肥料测试中心。

本文件主要起草人：

土壤和沉积物 硼的测定 电感耦合等离子体质谱法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

* 1. 适用范围

本文件描述了用电感耦合等离子体质谱法测定土壤和沉积物中硼的原理，规定了试剂及材料、仪器与设备、样品、分析步骤、结果计算、精密度、质量保证和控制等技术要求。

本文件适用于土壤和水系沉积物中硼的测定。本方法检出限（3S）检出限0.66µg/g，测定范围2µg/g～500µg/g。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

DZ/T 0130（所有部分） 地质矿产实验室测试质量管理规范

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

试样经混合酸（盐酸-氢氟酸-硝酸）分解，加入氯化铵及甘露醇保护硼，蒸干除去大量氢氟酸，用王水溶解可溶性盐类，加入内标溶液，摇匀。分取部分澄清溶液，用（1％）硝酸稀释后，利用电感耦合等离子体质谱仪离子的质荷比进行定量分析，即在一定浓度范围内，元素质量数的响应值与质量浓度成正比，采用离线内标-校准曲线法定量测定样品溶液中硼的含量。

* 1. 试剂和材料

在分析测试中，除非另有说明外，均使用优级纯试剂，实验用水应符合GB/T 6682中一级水的要求。在空白试验（8.1）中，若已检测到所用优级纯试剂中含有大于以上元素方法检出限的含量，并确认已经影响试样中以上元素低量的测定，应净化试剂。

硝酸(HNO3)：*ρ*=1.40g/mL。

盐酸（HCl）：*ρ*=1.19g/mL。

氢氟酸（HF）：*ρ*=1.13g/mL。

甘露醇（C6H14O6）：AR。

硼标准储备液（*ρ*（B）= 1000µg/mL）:市售有证标准物质。

氩气（Ar）：Ф≥99.99％。

硝酸溶液（1％）：取1mL硝酸（5.2），倒入烧杯中用水稀释后，转移入100mL容量瓶定容，混匀，即用即配。

王水（1+1）：取750mL盐酸（5.3）与250mL硝酸（5.2）混合后，加入1000mL水，混匀，即用即配。

混酸溶液：取500mL盐酸（5.3）与500mL氢氟酸（5.4）混合后，加入25g氯化铵，溶解摇匀，即用即配。

锗内标溶液：锗（Ge），5µg/mL。

甘露醇溶液（ω=5％）：称取5g甘露醇（5.5）于烧饼中，加水溶解，转移入100mL容量瓶，定容，摇匀，备用。

硼标准中间溶液A：吸取5.00mL硼标准储备溶液(5.6)于100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液质量浓度为50.0µg/mL。

硼标准中间溶液B：分别吸取20.00mL硼标准中间溶液（5.13）于100mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液质量浓度为10.0µg/mL。

* 1. 仪器和设备

电感耦合等离子体质谱仪：仪器能对5µg～250µg质量范围进行扫描，最小分辨率为在5％峰高处1µ峰宽。某四级杆电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件参见附录A。

塑料容量瓶：100mL。

磨口玻璃瓶：50mL。

聚四氟乙烯坩埚：30mL。

塑料比色管：10mL。

带孔电热板：控温精度±5℃。

分析天平：精确至0.1mg。

电热恒温鼓风干燥箱：控温精度±5℃。

* 1. 样品处理

土壤和水系沉积物样品的采集和贮存参照HJ/T 166的规定进行。所有样品均应通过170目筛网（粒径小于0.090mm），经105℃干燥2h，冷却后试样装入磨口玻璃瓶中备用。

* 1. 分析步骤
     1. 空白试验

随同试样分析全过程做双份空白试验，所用的试剂应取自同一瓶试剂，加入同等的量。

* + 1. 验证试验

随同样品进行验证试验，采用相同的实验步骤，选取2～4个同类型水系沉积物或土壤一级标准物质作为验证试验用样品。

* + 1. 试液的制备

称取试样（7）0.2000g于30mL聚四氟乙烯坩埚中，加入4mL混酸溶液（5.10），0.3mL硝酸（5.2），盖上盖子，带孔电热板温度上升至130℃，保温3h，降温至100℃后开盖，加入1mL5％甘露醇溶液（5.12），升温至150℃，保温10min，蒸干后加入5mL王水（5.9）提取，待可溶性盐溶解后，用瓶口分液器加入10.00mL锗内标溶液（5.11），摇匀。冷却后分取0.5mL清液于10mL塑料比色管中，加入5mL1％硝酸溶液（5.8）摇匀，制得样品溶液，待测。

* + 1. 标准工作曲线的绘制

在一系列250mL塑料烧杯中，分别加入0mL、0.2mL、1.0mL、2.0mL硼标准中间溶液B（5.14）、1.0mL、2.0mL硼标准中间溶液A（5.13），加入1mL5％甘露醇溶液（5.12）、5mL王水（5.9）、10.00mL锗内标溶液（5.11），加水至150mL，摇匀制得标准系列工作液，硼质量分别为0、2µg、10µg、20µg、50µg、100µg。

以锗（5.11）为内标，参照附录A拟定的仪器工作条件，待仪器稳定后，按浓度由低到高的次序依次测定硼标准工作液（8.4.1），以硼元素的浓度为横坐标，经内标校正后的硼元素强度为纵坐标绘制标准工作曲线，线性相关系数（R2）应≥0.999，否则应重新绘制标准工作曲线。

* + 1. 样品测定

将待测样品溶液（8.3）放入电感耦合等离子体质谱仪（工作条件参见附录A）中进行测定，以锗为内标，根据标准工作曲线和样品溶液的响应值在标准工作曲线上读取对应的质量。若测定结果超出标准曲线范围，应用1％稀硝酸将样品溶液稀释至合适的浓度，并加配标准高点后同样稀释后测定。

* 1. 结果计算
     1. 硼含量计算

按式（1）计算硼的含量：

()

式中：

ω(B)——硼的含量，单位为微克/克（µg/g）；

*m*1——从工作曲线上查出试样溶液中硼元素的质量，单位为微克（µg）；

*m*0——从工作曲线上查出空白试验溶液中硼元素的质量，单位为微克（µg）；

*m*S——试样质量，单位为克（g）。

* + 1. 结果表示

测定结果保留三位有效数字。

* 1. 准确度

选择80多个地球化学一级标准物质（水系沉积物、土壤），按照上述分析流程进行测定，与各标准物质标准值进行比对，所有测量结果准确度∆logC≤±0.1，满足DZ/T 0130的测试要求。

* 1. 精密度

选取6个含量水平的土壤和沉积物样品，按照本文件规定的方法分别在3个实验室进行6次测定，数据经统计计算得出本分析方法的精密度。本方法在不同实验室对硼测试的相对标准偏差不大于5％。

* 1. 质量保证和控制

每批试样分析时，应同时采用空白试验、重复样分析、标准物质验证等方法进行质量保证和控制。

空白试验结果不应高于方法的定量限。

每批样品分析时，应同时进行20％～30％重复样品分析（当样品数量不超过5个时，应进行100％的重复样品分析）。

每测定10个样品后，需要测定标准物质溶液，测定结果的相对标准偏差应小于5％，否则应重新建立校准曲线。

2. （资料性）  
   电感耦合等离子体质谱仪技术参数

表A.1给出了电感耦合等离子体质谱仪的技术参数。

* 1. 电感耦合等离子体质谱仪技术参数

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 名称 | 技术参数 | 名称 | 技术参数 |
| 等离子功率 | 1500W | 雾化器流速 | 0.8L/min～0.95L/min |
| 冷却气（Ar） | 13L/min | 进样泵速 | 30rpm |
| 辅助气（Ar） | 0.9L/min | 进样时间 | 15S |
| *Ф*采样锥（Ni） | 1.1mm | 扫描方式 | 跳峰 |
| *Ф*截取锥（Ni） | 0.7mm | 测定模式 | 脉冲 |
| B质量数 | 10 | 通道停留时间 | 100ms |
| Ge质量数 | 74 | 采样深度/步 | 60 |

