

ICS 13.080  
CCS Z 18

# T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 480—2023

## 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 (ICP-MS)

2023 - 04 - 27 发布

2023 - 05 - 03 实施

广西标准化协会 发布



## 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、广东省矿产应用研究所、广西壮族自治区环境保护科学研究院、广西壮族自治区土壤肥料测试中心、中科检测技术服务（广州）股份有限公司、广西壮族自治区生态环境监测中心、谱尼测试集团广西有限公司、广西南环检测科技有限公司、广西北部湾环境科技有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院、南宁海关技术中心、广西壮族自治区产品质量检验研究院、广西壮族自治区第六地质队、南方石山地区矿山地质环境修复工程技术创新中心、深圳市金池环境科技有限公司、广西壮族自治区自然资源生态修复中心。

本文件主要起草人：阳国运、武明丽、张文捷、覃丽霞、黄浩、余焘、黄月英、黄金伟、刘辉庭、聂晓艳、卿海航、刘金朝、何飞龙、洪欣、熊刚、凌慧娇、陶胜康、李立、罗明、覃柳妹、韦月早、蔡春雨、唐碧玉、晏晟、吴倩桦、韦欣宜、王显彬、黄佳。



# 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 范围

本文件描述了电感耦合等离子体质谱仪测定土壤和沉积物中硼的方法。

本文件适用于土壤和沉积物中硼的测定。按称样量0.2 g计，本方法检出限（3S）为0.66  $\mu\text{g/g}$ ，测定范围为2  $\mu\text{g/g}$ ~500  $\mu\text{g/g}$ 。

## 2 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

HJ 494 水质 采样技术指导

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

样品在氯化铵及甘露醇保护剂的作用下，经混合酸（盐酸-氢氟酸-硝酸）预处理后，准确加入内标，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，硼元素的质谱信号值与质量浓度成正比，采用校准曲线法测定样品溶液中硼的含量。样品基体引起的仪器响应抑制或增强效应和仪器漂移可以使用内标补偿。

## 5 试剂和材料

5.1 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。

5.2 硝酸： $\rho=1.40 \text{ g/mL}$ 。

5.3 盐酸： $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ 。

5.4 氢氟酸： $\rho=1.13 \text{ g/mL}$ 。

5.5 甘露醇：AR。

5.6 硼标准储备液 [ $\rho$  (B) = 1 000  $\mu\text{g/mL}$ ]：按 GB/T 602 方法进行配制，或者直接使用市售有证标准溶液。

5.7 硝酸溶液 (1+99)：取 1 体积硝酸 (5.2) 于塑料烧杯中，加入 99 体积水，混匀。

5.8 王水 (1+1)：取 3 体积盐酸 (5.3)、1 体积硝酸 (5.2) 和 4 体积水混匀。

5.9 混酸溶液：于塑料烧杯中加入 500 mL 盐酸 (5.3) 与 500 mL 氢氟酸 (5.4) 混合后，再加入 25 g 氯化铵，溶解摇匀。

5.10 锗内标溶液： $\rho$  (Ge) = 5  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.11 甘露醇溶液 ( $\rho$  = 50 g/L)：称取 5 g 甘露醇 (5.5) 于塑料烧杯中，加 100 mL 水溶解，混匀。

5.12 硼标准中间溶液 A ( $\rho$  = 50  $\mu\text{g/mL}$ )：吸取 5.00 mL 硼标准储备溶液 (5.6) 于 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.13 硼标准中间溶液 B ( $\rho$  = 10  $\mu\text{g/mL}$ )：吸取 20.00 mL 硼标准中间溶液 A (5.12) 于 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

注：在样品溶液的制备及测定过程中，避免使用含硼器皿。

## 6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)：仪器能对 5 u~250 u 质荷比范围进行扫描，最小分辨率为在 5% 峰高处 1 u 峰宽。电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件参见附录 A。

6.2 带孔电热板：控温精度  $\pm 5$   $^{\circ}\text{C}$ 。

6.3 分析天平：感量 0.1 mg。

6.4 电热恒温鼓风干燥箱：控温精度  $\pm 5$   $^{\circ}\text{C}$ 。

6.5 筛网：0.074 mm (200 目)。

6.6 氩气：纯度大于或等于 99.99%。

## 7 样品

### 7.1 样品采集和保存

土壤样品按照 HJ/T 166 的相关要求进行采集和保存，沉积物样品按 GB 17378.3 或 HJ 494 的相关要求进行采集和保存。

### 7.2 样品的制备

除去样品中的异物 (枝棒、叶子、石子等)，按照 HJ/T 166 和 GB 17378.3 的要求将采集的样品在实验室中风干、破碎、过筛，将样品细碎至 200 目 (粒径小于 0.074 mm)，装入磨口玻璃瓶中，105  $^{\circ}\text{C}$  干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温，备用。

## 8 分析步骤

### 8.1 样品溶液制备

称取样品 (7.2) 0.2 g (精确至 0.0001 g) 于 30 mL 聚四氟乙烯坩埚中，加入 4 mL 混酸溶液 (5.9)，0.3 mL 硝酸 (5.2)，盖上盖子，置于带孔电热板上升温至 130  $^{\circ}\text{C}$ ，保温 3 h，降温至 80  $^{\circ}\text{C}$ ~90  $^{\circ}\text{C}$  后开盖，加入 1 mL 甘露醇溶液 (5.11)，升温至 150  $^{\circ}\text{C}$  蒸干，10 min 后加入 5 mL 王水 (5.8) 提取，待可溶性

盐溶解后，准确加入10.00 mL锆内标溶液（5.10），取下摇匀。冷却至室温后，分取清液，用硝酸溶液（5.7）稀释10倍，待测。同时制备双份样品空白溶液。

## 8.2 标准曲线的绘制

8.2.1 在一系列 250 mL 塑料烧杯中，分别加入 0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL 硼标准中间溶液 B（5.13）及 1.00 mL、2.00 mL 硼标准中间溶液 A（5.12），加入 1 mL 甘露醇溶液（5.11）、5 mL 王水（5.8）、10.00 mL 锆内标溶液（5.10），加水至 150 mL 左右，摇匀制得系列标准溶液，硼质量分别为 0、2 μg、10 μg、20 μg、50 μg、100 μg。

8.2.2 参照附录 A，调整仪器至最佳分析条件和最佳工作状态。以锆元素为内标，按浓度由低到高的次序依次测定硼标准溶液（8.2.1），绘制标准曲线，线性相关系数（ $R^2$ ）应 $\geq 0.999$ ，否则应重新绘制。

## 8.3 样品测定

用电感耦合等离子体质谱仪（工作条件参见附录A）测定待测样品溶液（8.1），以锆元素为内标，根据标准曲线和样品溶液的响应值在标准曲线上读取对应的质量。若测定结果超出标准曲线范围，应用硝酸溶液（5.7）将样品溶液稀释后测定，并加配标准高点验证。

## 8.4 空白试验

除不加入样品外，随同样品分析全过程做双份空白试验。

## 9 结果计算

### 9.1 硼含量计算

土壤和沉积物中硼的含量按式（1）计算：

$$\omega = \frac{m_1 - m_0}{m_s} \quad (1)$$

式中：

- $\omega$ ——硼的含量，单位为微克/克（ $\mu\text{g/g}$ ）；
- $m_1$ ——从工作曲线上查出样品中硼元素的质量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；
- $m_0$ ——从工作曲线上查出空白中硼元素的质量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；
- $m_s$ ——样品质量，单位为克（g）。

### 9.2 结果表示

当测定结果小于10  $\mu\text{g/g}$ 时，保留小数点后两位；当测定结果大于或等于10  $\mu\text{g/g}$ 、小于100  $\mu\text{g/g}$ 时，保留小数点后一位；当测定结果大于或等于100  $\mu\text{g/g}$ 时，保留整数。

### 9.3 精密度

在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

## 10 质量保证和控制

- 10.1 每批样品分析时，应同时采用空白试验、重复样分析、标准物质验证或加标回收等方法进行质量保证和控制。
- 10.2 空白试验结果不应高于方法的测定下限。
- 10.3 每批样品分析时，应同时进行 10% 重复样品分析（当样品数量不超过 10 个，应至少进行 1 个重复样品分析）。
- 10.4 每测定 20 个样品或每批次（少于 20 个）后，应分析 1 个标准曲线中间浓度点标准溶液，其测定结果与该点浓度值的相对误差应在  $\pm 10\%$  以内，否则应重新绘制标准曲线。

## 附录 A

(资料性)

## 电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件

表A.1给出了电感耦合等离子体质谱仪的参考工作条件。

表 A.1 电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件

名称	技术参数	名称	技术参数
等离子功率	1 500 W	雾化器流速	0.8 L/min~0.95 L/min
冷却气 (Ar)	13 L/min	进样泵速	30 rpm
辅助气 (Ar)	0.9 L/min	进样时间	15 s
Φ采样锥 (Ni)	1.1 mm	扫描方式	跳峰
Φ截取锥 (Ni)	0.7 mm	测定模式	脉冲
B 质量数	10	通道停留时间	100 ms
Ge 质量数	74	采样深度/步	60



**GXAS**  
广西标准化协会

参 考 文 献

- [1] DZ/T 0130（所有部分） 地质矿产实验室测试质量管理规范
-



中华人民共和国团体标准  
土壤和沉积物 硼的测定  
电感耦合等离子体质谱法  
T/GXAS 480—2023  
广西标准化协会统一印制  
版权专有 侵权必究