

# Determination of U, Th, K and Pb Concentrations in Soil and Sediment

Shuifeng Wang, Jinghua Guo\*

Analytical and Testing Center, Beijing Normal University, Beijing  
Email: \*gjh@bnu.edu.cn

Received: Nov. 1<sup>st</sup>, 2019; accepted: Nov. 15<sup>th</sup>, 2019; published: Nov. 22<sup>nd</sup>, 2019

---

## Abstract

A mixed acid digestion procedure was applied to soil reference materials (GBW07401, GBW07402) and stream sediment reference materials (GBW07307, GBW07309). U, Th and Pb concentrations were then measured by ICP-MS, K by ICP-AES. The results were consistent with the certified values. This method is simple in operation and low in acid consumption. Thus it is suitable for determination of U, Th, K and Pb concentrations in environmental samples in large quantities.

## Keywords

U, Th, K and Pb, Soil, Sediment, ICP-AES, ICP-MS

---

# 土壤和沉积物中铀、钍、钾、铅含量的测定

王水锋, 郭敬华\*

北京师范大学分析测试中心, 北京  
Email: \*gjh@bnu.edu.cn

收稿日期: 2019年11月1日; 录用日期: 2019年11月15日; 发布日期: 2019年11月22日

---

## 摘要

采用混酸消解法对土壤成分分析标准物质(GBW07401, GBW07402)和水系沉积物成分分析标准物质(GBW07307, GBW07309)进行前处理, 用ICP-MS对其中的铀、钍、和铅元素进行测定, 用ICP-AES对其中的钾元素进行测定。结果显示各个元素测定值与证书值基本相符。此方法操作简单, 耗酸量小, 适用于大量环境样品中铀、钍、钾、铅元素含量的检测。

\*通讯作者。

## 关键词

铀、钍、钾、铅, 土壤, 沉积物, ICP-AES, ICP-MS

Copyright © 2019 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

地质年代的测定是地球动力学演化过程的研究中的一个关键问题,也是考古研究的重要课题。定年技术方法也日益增多和完善。

电子探针 U-Th-Pb 定年也称化学 U-Th-Pb 等时线法(CHIME),是 20 世纪 90 年代发展起来的一种原位定年方法[1],该方法主要是通过铀、钍、铅含量推算样品拟合年龄,被广泛应用于地学领域[1][2]。

光释光测年法由 Huntley 等在 1985 年首次提出,被广泛用于我国北方的黄土古土壤序列及其记录的气候环境变化、古地震、古人类遗址和考古研究等方面的测年和年代学研究[3][4][5],此方法通过样品中铀、钍、钾的含量推算样品的年龄。

铀、钍、钾和铅含量测定的精确性是定年准确与否的一个关键因素。常用的测定样品中铀、钍、钾和铅含量的方法有:中子活化法,电子探针法,离子探针质谱法,厚源  $\alpha$ -计数法,  $\gamma$  谱法等[1][6]。电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)和电感耦合等离子体光谱法(ICP-AES)已广泛用于环境、地质、食品等领域[6][7][8],因其具有灵敏度高、精密度好,背景干扰少,样品前处理简单等特点,更适于大批量地质样品中多元素含量的同时检测。

本文使用氢氟酸、硝酸和高氯酸对沉积物和土壤标准物质进行前处理,用 ICP-MS 和 ICP-AES 对其中的铀、钍、钾、铅含量进行测定,各个元素测定值与标准值基本相符,结果满足大量地质样品的分析要求。

## 2. 实验部分

### 2.1. 仪器与试剂

电感耦合等离子体质谱仪(NexION 300X, 美国 PerkinElmer 仪器有限公司)。电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ARCOS EOP, 德国斯派克分析仪器公司)。

硝酸(优级纯,天津市科密欧化学试剂有限公司),高氯酸(优级纯,天津市鑫源化工有限公司);氢氟酸(优级纯,北京化学试剂研究所);水为二次去离子水(电导率 18.25 M $\Omega$ ·cm)。

### 2.2. 标准溶液

取 1000 微克/毫升 U、Th、Pb 单元素标准溶液(美国 O2Si 公司)各 1 毫升,用 2%硝酸定容至 100 毫升。并用 2%硝酸逐级稀释为 U、Th、Pb 含量为 0.1, 1, 5, 10, 20, 50, 80, 100 微克/升的标准系列。取 1000 微克/毫升 K 单元素标准溶液(钢研纳克检测技术有限公司)10 毫升,用 2%硝酸定容至 100 毫升。并用 2%硝酸逐级稀释为 K 含量为 1, 10, 20, 50, 80, 100 微克/毫升的标准系列。

### 2.3. 标准物质

本实验所用标准物质为土壤和水系沉积物成分分析标准物质(地矿部物化探所、测试所),编号分别为 GBW07401, GBW07402, GBW07307, GBW07309。

## 2.4. 样品处理

准确称取 0.1000 g 样品, 于聚四氟乙烯消解罐中, 加入 2 毫升 HF, 5 毫升 HNO<sub>3</sub>, 和 1 毫升 HClO<sub>4</sub> 盖上回流漏斗, 放到 ST-40 型消解仪中, 升温至 140℃ 消解 1 小时, 再升温到 160℃ 消解 1 小时, 最后升温到 180℃ 消解 40 分钟。取下回流漏斗, 将 HF 赶走。冷却后用 2% 硝酸定容至 25 毫升, 使用 ICP-AES 测定 K 元素含量。取该溶液 1 毫升, 用 2% 硝酸定容至 10 毫升, 使用 ICP-MS 测定 U、Th、Pb 元素含量。

## 3. 结果与讨论

### 3.1. 方法检出限

按照样品消解步骤制备过程空白溶液, 连续测定 11 次, 以标准偏差的 3 倍计算各元素的检出限分别为: U 0.005 微克/克; Th 0.009 微克/克; K 1.8 微克/克; Pb 0.03 微克/克。满足地质样品中铀、钍、钾、铅元素含量检测的需求。

### 3.2. 方法准确度

按照上述实验条件消解土壤和沉积物标准物质, 对其中的铀、钍、钾和铅含量进行检测, 结果列于表 1。说明本方法的准确性和重现性良好, 可用于地矿样品的测定。

**Table 1.** Certified and determined mass fractions of U, Th, K and Pb in reference materials

**表 1.** 标准物质中 U、Th、K 和 Pb 证书参考值与元素测定值

	U (微克/克)		Th (微克/克)		K <sub>2</sub> O (%)		Pb (微克/克)	
	标准值	测定值	标准值	测定值	标准值	测定值	标准值	测定值
GBW07401	3.3 ± 0.6	3.0 ± 0.3	11.6 ± 1.1	11.5 ± 0.5	2.59 ± 0.06	2.58 ± 0.06	98 ± 8	101 ± 4
GBW07402	1.45 ± 0.4	1.42 ± 0.1	16.6 ± 1.2	16.9 ± 1.1	2.54 ± 0.07	2.52 ± 0.06	20.2 ± 3.3	19.8 ± 1.1
GBW07307	3.5 ± 0.5	3.4 ± 0.1	12.6 ± 1.5	12.6 ± 0.2	3.54 ± 0.08	3.54 ± 0.07	350 ± 17	354 ± 8
GBW07309	2.6 ± 0.6	2.4 ± 0.1	12.4 ± 1	12.2 ± 0.7	1.99 ± 0.08	2.02 ± 0.02	23 ± 4	24 ± 2

### 3.3. 方法精密度

按上述实验条件消解土壤成分分析标准物质(GBW07401), 测定其中铀、钍、钾、铅元素含量, 其精密度见表 2, 各元素测定值相对标准偏差在 5% 以内, 适合用做地矿样品定年。

**Table 2.** Precision of U, Th, K and Pb in GBW07401

**表 2.** GBW07401 中 U、Th、K 和 Pb 元素的精密度

	U (微克/克)	Th (微克/克)	K <sub>2</sub> O (%)	Pb (微克/克)
1	2.98	10.7	2.60	97.6
2	2.95	11.5	2.65	99.4
3	3.00	11.4	2.53	105
4	3.03	12.3	2.58	106
5	2.98	11.7	2.68	98.5
6	3.01	11.6	2.62	95.2
7	3.03	11.8	2.52	99.0

## Continued

8	3.01	11.2	2.54	104
9	2.99	11.9	2.64	105
10	3.01	10.8	2.55	105
11	3.04	12.0	2.53	103
12	3.02	10.9	2.55	99.5
平均值	3.0	11.5	2.58	101
标准偏差	0.3	0.5	0.06	4
相对标准偏差(%)	0.9	4.4	2.1	3.6

## 4. 小结

采用 HF-HClO<sub>4</sub>-HNO<sub>3</sub> 混酸消解法消解土壤和沉积物标准物质,用 ICP-AES 测定其中的钾元素含量,用 ICP-MS 测定样品中的铀钍和铅元素含量,检测结果与证书参考值吻合良好。该方法用酸量少,操作简单,测定速度快,适合大量地质样品的检测。可用于地质、考古定年研究。

## 参考文献

- [1] 彭松柏, 朱家平, 李志昌, 刘云华, 蔡明海. 国外电子探针铀 - 钍 - 铅定年方法及其在构造分析中的应用前景[J]. 岩矿测试, 2004(1): 44-51.
- [2] Suzuki, K. and Adachi, M. (1998) Denudation History of the High *T/P* Ryoke Metamorphic Belt, Southwest Japan: Constraints from CHIME Monazite Ages of Gneisses and Granitoids. *Journal of Metamorphic Geology*, **16**, 23-37. <https://doi.org/10.1111/j.1525-1314.1998.00057.x>
- [3] 秦亚丽, 陈喆, 吴伟明, 倪邦发, 田伟之, 王平生, 肖才锦, 刘存兄, 张贵英, 黄东辉, 聂鹏, 张海青. 光释光测年中铀、钍、钾的 NAA 分析[J]. 核电子学与探测技术, 2010, 30(12): 1653-656.
- [4] 刘德梅, 陈桂琛, 赖忠平, 刘向军, 周国英, 宋文珠, 彭敏. 基于光释光测年研究青海湖三种沼泽湿地的发育及沉积速率[J]. 盐湖研究, 2012(3): 9-14.
- [5] 赖忠平. 基于光释光测年的中国黄土中氧同位素阶段 2/1 和 3/2 界限位置及年代的确定[J]. 第四纪研究, 2008(5): 883-891.
- [6] 韩佳, 卢新卫, 庞奖励, 黄春长.  $\gamma$ 谱法和 ICP-MS 法测定黄土样品中铀、钍含量的比较[J]. 陕西师范大学学报(自然科学版), 2005(2): 119-121.
- [7] 李林福, 黄正勇, 左天明. ICP-MS 快速测定地质样品中的铀、钍、钨、钼[J]. 内江师范学院学报, 2014(8): 31-33.
- [8] 郭冬发, 谢胜凯, 刘瑞萍, 谭靖, 崔建勇, 张彦辉, 张良圣, 常阳, 曾远, 李黎, 范增伟, 刘桂方. 电感耦合等离子体质谱技术在核地质分析中的应用实践[J]. 质谱学报, 2019, 40(5): 416-426.