

ICP-OES Determination of Elements in Soil and Other Substances with Different Pretreatment Methods

Lang Li, Yan Sun*, Ni Liu, Xiao Chen, Yuzhu Wang

Institute of Mountain Resource of Guizhou Province, Guiyang Guizhou
Email: *42008514@qq.com

Received: Dec. 24th, 2019; accepted: Jan. 8th, 2020; published: Jan. 15th, 2020

Abstract

In order to select a better pretreatment method which can be used to determine the element content of these three kinds of substances, four elements of Cu, Mn, Ni and Zn in GBW 10047 (gsb-25 carrot), GBW 10020 (gsb-11 citrus leaf) and GBW 07405 (gss-5 soil) were determined by dry ashing, wet digestion and HNO₃-HCl-HF microwave digestion respectively. The results showed that the recovery of dry ashing was 93.2% - 103.18%, RSD was 0.47% - 4.76%; the recovery of wet digestion was 93.13% - 105%, RSD was 0.17% - 4.23%; the recovery of HNO₃-HCl-HF microwave digestion was 96% - 105.77%, RSD was 0.03% - 5.18%. The three methods all have good precision, but compared with the standard value, only HNO₃-HCl-HF microwave digestion method is more consistent with the true value. Therefore, HNO₃-HCl-HF microwave digestion method can be used as a better pretreatment method for the element content of these three substances.

Keywords

ICP-OES, Microwave Digestion, Dry Ashing, Wet Digestion, Reference Materials

不同前处理方式的ICP-OES法测定土壤等物质中元素含量比较

李浪, 孙燕*, 刘妮, 陈宵, 王玉珠

贵州省山地资源研究所, 贵州 贵阳
Email: *42008514@qq.com

收稿日期: 2019年12月24日; 录用日期: 2020年1月8日; 发布日期: 2020年1月15日

*通讯作者。

文章引用: 李浪, 孙燕, 刘妮, 陈宵, 王玉珠. 不同前处理方式的 ICP-OES 法测定土壤等物质中元素含量比较[J]. 农业科学, 2020, 10(1): 75-84. DOI: 10.12677/hjas.2020.101011

摘要

为探究出一种快速准确测定多种元素的前处理方法, 该文采用干法灰化法、湿式消解法和 $\text{HNO}_3\text{-HCl-HF}$ 微波消解法三种方法, 分别对国家标准物质GBW 10047 (GSB-25胡萝卜)、GBW 10020 (GSB-11柑橘叶)、GBW 07405 (GSS-5土壤)中铜(Cu)、锰(Mn)、镍(Ni)、锌(Zn) 4种元素进行测定, 以期从这三种前处理方法中筛选出一种可作为这三类物质元素含量测定较好的前处理方法。实验结果表明: 三种前处理方法中, 干法灰化法的加标回收率范围为93.2%~103.18%, 相对标准偏差范围为0.47%~4.76%; 湿式消解法的加标回收率范围为93.13%~105%, 相对标准偏差范围为0.17%~4.23%; $\text{HNO}_3\text{-HCl-HF}$ 微波消解法的加标回收率范围为96%~105.77%, 相对标准偏差范围为0.03%~5.18%; 3种方法均具有较好精密度, 但与标准值对比的结果来看, 只有 $\text{HNO}_3\text{-HCl-HF}$ 微波消解法这种消解方式测定的实测值更加与真值吻合。所以综合考虑, $\text{HNO}_3\text{-HCl-HF}$ 微波消解法可作为这三类物质元素含量较好的前处理方法。

关键词

ICP-OES, 微波消解法, 干法灰化法, 湿式消解法, 标准物质

Copyright © 2020 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

通常情况下, 对植物根茎叶以及土壤中元素的测定方法有很多, 常用的有原子吸收法(AAS), 原子荧光光谱法(AFS)等, 但这些方法只能对单一元素进行逐项分析, 这就大大增加实验人员的工作量, 同时也增加了对样品分析的污染机会。与上述方法相比, 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法具有效率高、准确率高、检出限低、抗干扰能力强, 并可同时进行多元素快速分析等特性, 已广泛应用于工业、农业、环境等各个领域[1] [2] [3]。但同其他元素测定方法一样, ICP-OES 分析植物根茎叶以及土壤重金属元素含量也涉及样品的消解问题, 不同前处理方法对元素含量的测定结果会产生不同程度的影响。丁海萍[4]等采用 $\text{HNO}_3\text{-HF-HClO}_4$ 湿法消解法、 $\text{HNO}_3\text{-HF-HClO}_4$ 微波消解法、钠系碱法消解法和偏硼酸锂熔融法分别处理粉煤灰标准品和某电厂粉煤灰样品, 然后利用 ICP-OES 法测定各组样品中元素的含量, 结果显示, 偏硼酸锂熔融法可作为测定粉煤灰矿物质元素含量较好的前处理方法。孙玲玲[5]等运用 ICP-OES 光谱分析法比较研究了干法灰化、湿法消解和微波消解 3 种前处理方法对海带样品中多种元素含量测定的影响。结果表明, 微波消解是海带等海洋生物样品中微量元素测定较理想的前处理方法。刘丽莹[6]等采用微波灰化和干法灰化处理渣油试样, 利用 ICP-AES 法测定渣油中的金属含量, 采用微波灰化法处理试样, 测定的各金属的相对标准偏差均小于 4%, 回收率在 97%~104%之间, 是一种快速、准确、可靠的前处理方法。因此, 选择合适的前处理方法是同时、准确测定多种元素的关键。

本文以国家标准物质 GBW 10047 (GSB-25 胡萝卜)、GBW 10020 (GSB-11 柑橘叶)、GBW 07405 (GSS-5 土壤)作为研究对象, 采用干法灰化法、湿式消解法和 $\text{HNO}_3\text{-HCl-HF}$ 微波消解法三种方法, 分别对这三种国家标准物质中铜(Cu)、锰(Mn)、镍(Ni)、锌(Zn) 4 种元素进行测定, 通过测定值与真值的对比情况分析, 研究不同前处理方法对分析测定结果准确性的影响, 以期筛选出一种可作为这三类物质元素含量较好的前处理方法。其中对于国家标准物质 GBW 07405 (GSS-5 土壤)的分析方法可以为后续需要用该类型

土壤种植的诸如食用菌等植物覆土土壤元素的测定提供一个参考。通过对这三类物质前处理方法的探究,可以为后续植物样品及土壤样品的测试工作打下坚实的基础。

2. 材料与方法

2.1. 实验材料与试剂

国家标准物质 GBW 10047 (GSB-25)、GBW 10020 (GSB-11)、GBW 07405 (GSS-5) (中国地质科学院地球物理地球化学勘察研究所, 中国); 硝酸(优级纯, 上海国药集团); 盐酸(优级纯, 上海国药集团); 氢氟酸(优级纯, 上海国药集团); 超纯水(电阻率 18.25 M Ω ·cm); Cu、Mn、Ni、Zn 标准溶液(国家有色金属及电子材料分析测试中心)。

2.2. 仪器设备

全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES) (Optima8000, PerkinElmer, USA); 微量分析型超纯水机(WP-UP-WF-10, 四川沃特尔水处理设备有限公司); 电子分析天平(EX124ZH, 奥豪斯仪器(上海)有限公司); 微波消解仪(MWD-600, 上海元析仪器有限公司); 马弗炉(SRJX-4-13, 天津泰斯特仪器有限公司); DB-不锈钢数显控温电热板(DB400 * 600, 盐城市华康科学仪器厂)。

2.3. 样品处理方法

2.3.1. 干法灰化法

准确称取样品 0.2 g (精确至 0.001 g)于坩埚中, 置加热板上低温炭化, 待浓烟挥尽, 放入 550 $^{\circ}$ C 的马弗炉中灰化 6 h, 待冷却后滴加少许硝酸湿润, 并置电热板上加热至干。之后加入 2%的硝酸溶液溶解过滤, 并用超纯水定容至 50 mL 混匀备用, 同时做样品空白[7] [8]。

2.3.2. 湿式消解法

准确称取样品 0.2 g (精确至 0.001 g)于锥形瓶中, 加入浓硝酸 10 ml 后缓慢加热消解 2 h, 待冷却后加入高氯酸 1 ml 并补加适量的硝酸继续加热, 直至消化液呈无色透明溶液, 冷却, 用超纯水定容至 50 mL 混匀备用, 同时做样品空白[9]。

2.3.3. HNO₃-HCl-HF 微波消解法

准确称取样品 0.2 g (精确至 0.001 g)于干净干燥的聚四氟乙烯微波消解内罐中, 依次往消解内罐中加入硝酸、盐酸和氢氟酸后置于电子控温加热板上, 100 $^{\circ}$ C 条件下预消解 0.5 h, 取下消解罐, 待冷却后补加适量的酸, 混匀, 将消解罐加盖后置于微波消解仪中, 根据仪器说明书中对于土壤样品的消解参数及相关文献介绍[10]采用不同程序升温的微波消解程序(表 1 中给出了土壤样品的消解程序)。消解完全后取出消解罐, 将其置于赶酸仪上赶酸(120 $^{\circ}$ C), 待消解内罐中溶液剩余大约 1 ml 时停止赶酸, 将消解液转移至 50 mL 容量瓶中, 并用 1%硝酸溶液洗涤消解内罐, 合并洗涤液, 最后以 1%的硝酸溶液定容至 50 ml 容量瓶中, 摇匀备用, 同时做样品空白[11] [12]。

2.4. 仪器工作参数

ICP-OES 仪器工作参数主要考察了等离子体气流量、辅助气流量、雾化气流量、射频功率、载气流量(Ar)、观测方式、重复测定次数(次)、延迟时间(s)等因素对强度的影响。按照能够使检测信号强度最大, 相对标准偏差(RSD)最小的原则进行优化。分别检测标准空白、标准溶液、样品空白、样品试液。其最佳仪器工作条件如表 2 所示。

Table 1. Procedures for microwave digestion of samples**表 1.** 微波消解程序

步骤	压力(0.1 MPa)	温度(℃)	功率(W)	升温时间(S)	恒温时间(S)
1	5	100	1500	300	60
2	10	140	1500	240	60
3	15	160	1500	120	60
4	25	180	1500	120	180
5	38	195	1500	180	900

Table 2. Working conditions of ICP-OES**表 2.** ICP-OES 仪器工作条件

仪器参数	工作条件
等离子体气流量(L/min)	0.2
辅助气流量(L/min)	0.55
雾化气流量(L/min)	0.55
射频功率(W)	1300
载气流量(Ar) (L/min)	0.75
观测方式	轴向
重复测定次数(次)	3
延迟时间(s)	35

2.5. 样品元素含量的测定

对待测样品分别采用干法灰化法、湿式消解法和 HNO₃-HCl-HF 微波消解法三种方法进行消解, 将前处理好的待测样品、待测元素标准溶液及相关试剂准备好, 在仪器最佳工作条件下, 用 ICP-OES 法测定国家标准物质 GBW 10047 (GSB-25)、GBW 10020 (GSB-11)、GBW 07405 (GSS-5)系列工作液(同时对空白溶液进行测定); 根据仪器绘制的标准工作曲线和试液的响应度值等参数计算样品中各待测元素的含量。

2.6. 精密度及准确度的表征

2.6.1. 精密度测定

按照 2.3.1、2.3.2、2.3.3 小节的方法对样品进行前处理得到测试样品, 在仪器最佳实验条件下, 对三个平行试样中每个试样重复测定 3 次, 该 3 次测定的平均值即为样品的测定值, 与标准值进行比较, 计算出测定值相对于标准值的误差率, 误差率计算公式如下:

$$\text{误差率} = \frac{|\text{标准值} - \text{实测值}|}{\text{标准值}} \times 100\% \quad (1)$$

同时计算相对标准偏差(RSD)值, 通过相对标准偏差(RSD)值对三种前处理方法的精密度进行评价 [13]。相对标准偏差(RSD)计算公式如下:

$$\text{RSD} = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2)$$

式中, S: 标准偏差, %;

\bar{x} : 平均值, mg/kg;

n: 测定次数, 次;

x_i : 第 i 次测定值, mg/kg。

2.6.2. 准确度测定

按照 2.3.1、2.3.2、2.3.3 小节的方法对样品进行前处理得到测试样品, 每种试样做两个平行样品, 其中一个待测样正常测定, 另一个待测样中加入一定量分析元素的标准溶液后同其他待测样品一样正常测定(加标量在试样元素浓度的 0.5~2 倍之间), 通过加标回收率对三种前处理方法下样品测定值的准确度进行评价[14]。加标回收率计算公式如下:

$$\text{加标回收率}(\%) = \frac{\text{加标后试样浓度} - \text{加标前试样浓度}}{\text{加标浓度}} \times 100\% \quad (3)$$

3. 结果与分析

3.1. ICP-OES 法元素的测定波长及相关系数

样品中待测元素间含量差异大, 存在着基体影响和谱线干扰。为选择最佳的分析谱线, 实验中选择仪器推荐的 3 条灵敏线分别进行测定, 综合分析强度、干扰情况及稳定性, 选择干扰少、精密度高的分析线作为仪器工作分析谱线。各元素的分析谱线及相关系数见表 3。由表 3 可知, 标准曲线相关系数均在 0.9999 以上。说明在确定的浓度范围内, 各元素浓度与吸光度均呈良好的线性关系。

Table 3. Analysis wavelength and correlation coefficient of four elements

表 3. 四种元素的分析波长及相关系数

元素	波长/nm	相关系数
Cu	324.754	0.999969
Mn	257.610	0.999990
Ni	231.603	0.999983
Zn	213.857	0.999952

3.2. 不同消解处理方法对样品元素测定结果的影响

对待测样品分别采用干法灰化法、湿式消解法和 $\text{HNO}_3\text{-HCl-HF}$ 微波消解法三种方法进行消解后通过 ICP-OES 仪器对国家标准物质 GBW 10047 (GSB-25)、GBW 10020 (GSB-11)、GBW 07405 (GSS-5) 这三个试样进行铜(Cu)、锰(Mn)、镍(Ni)、锌(Zn) 4 种元素的测定, 其测定结果分别如图 1、图 2 和图 3 所示。

将三次重复测定取平均值后与标准值进行逐一对比, 计算出实测值与标准值的误差率(详见表 4、表 5、表 6)。从图 1 中可以看出, 3 种方法处理的 GBW 10047 (GSB-25) 标准样品中的 4 种元素的含量测定值与认定值的偏差都较小, 其中微波消解法对 Cu 元素测定偏差仅为 0.97%。误差率最大的是湿法消解对 Ni 元素的测试, 该方法对 Ni 元素的偏差高达 29.85%。对比这几种元素测试结果的误差率, Ni 元素的偏差普遍较高, 可能的原因是 Ni 元素含量的标准值较低, 且湿法消解属于敞开式前处理方式, 敞开式的前处理方法容易受污染、基体效应也相对较高, 这就使得 Ni 元素含量更易受外界影响。

从三种前处理方式测试的结果与真值的对比情况来看, 其中微波消解法测定的结果较另外两种消解方式更加与真值吻合。原因可能是微波消解方法由于样品是在高压的密闭容器内进行的, 受外界干扰较小, 待测元素不容易受污染, 易挥发元素不易损失, 其基体效应相对较小, 且相对于另外两种敞开式消解的方式, 微波消解样品会更加完全。

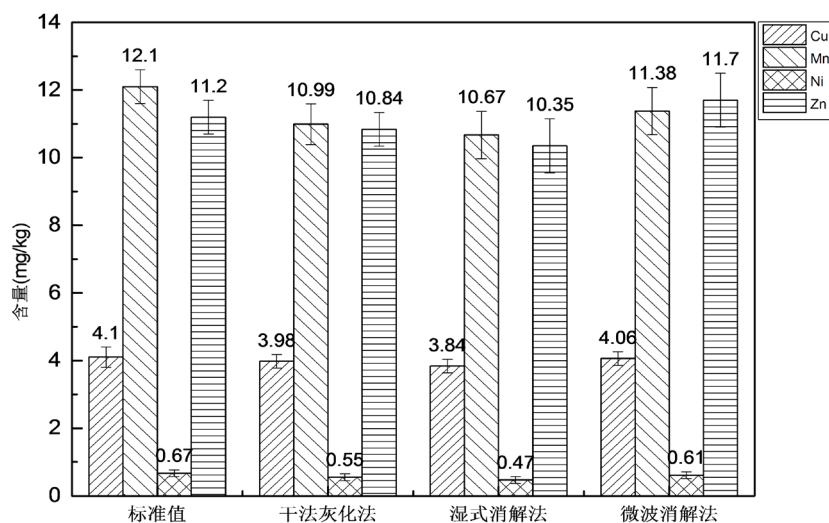


Figure 1. Determination results of Cu, Mn, Ni and Zn in GBW 10047

图 1. GBW 10047 中 Cu、Mn、Ni、Zn 四种元素测定结果

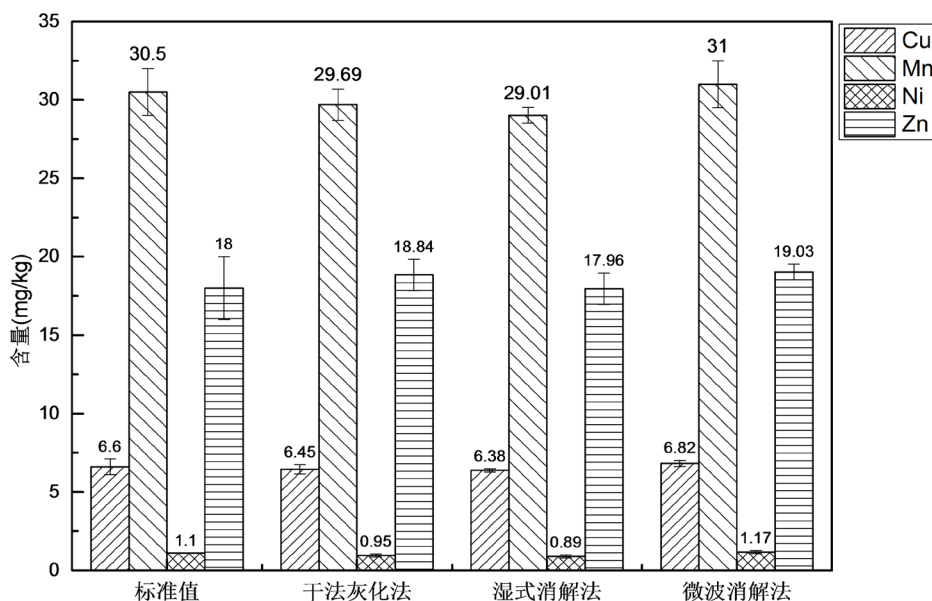


Figure 2. Determination results of Cu, Mn, Ni and Zn in GBW 10020

图 2. GBW 10020 中 Cu、Mn、Ni、Zn 四种元素测定结果

3.3. 不同消解方法的精密度评价

采用 2.3.1、2.3.2、2.3.3 小节的方法对标准土壤等三种样品进行前处理得到测试样品，在仪器最佳实验条件下，对三个平行试样中每个试样重复测定 3 次，该 3 次测定的平均值即为样品的测定值，由仪器分析软件计算出相对标准偏差(RSD)，其结果分别如表 4、表 5 和表 6 所示。

从表 4 中可以看出，标准物质 GBW 10047 (GSB-25)的相对标准偏差值范围为 0.51%~4.76%，其中三种前处理方式对 Mn 元素测定的相对标准偏差均小于 1%，对 Ni 元素测定的相对标准偏差较高。表 5 中 GBW 10020 (GSB-11)测定的相对标准偏差值范围为 0.03%~5.18%。与表 4 中测定的 RSD 值相似，表 5 中对 Ni 元素测定的相对标准偏差也较高。从表 6 对国家标准土壤物质 GBW 07405 (GSS-5)中 RSD 测定

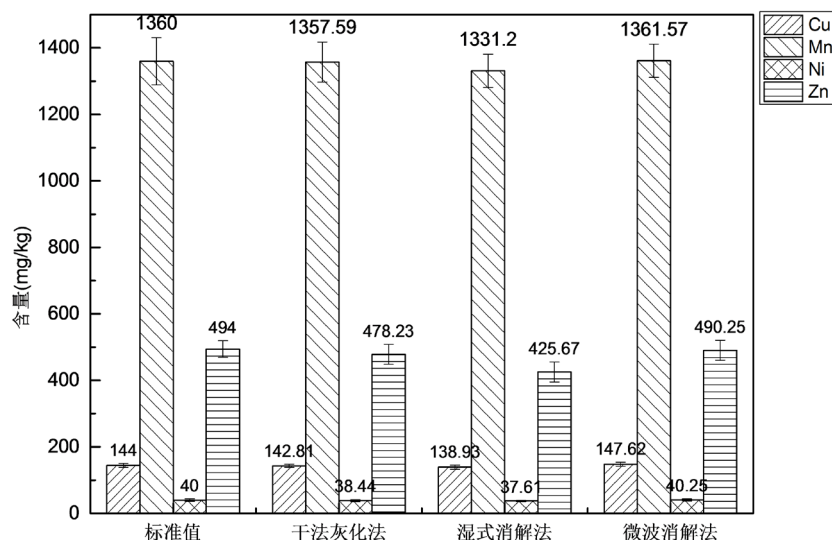


Figure 3. Determination results of Cu, Mn, Ni and Zn in GBW 07405

图 3. GBW 07405 中 Cu、Mn、Ni、Zn 四种元素测定结果

Table 4. RSD test results of different digestion methods for GBW 10047

表 4. 不同消解方法对 GBW 10047 的 RSD 试验测定结果

元素	方法	标准值(mg/kg)	实测值(mg/kg)	误差率(%)	RSD (%)
Cu	干法		3.98 ± 0.2	2.93	1.21
	湿法	4.1 ± 0.3	3.84 ± 0.2	6.34	1.90
	微波		4.06 ± 0.2	0.97	1.39
Mn	干法		10.99 ± 0.6	9.17	0.66
	湿法	12.1 ± 0.5	10.67 ± 0.7	11.81	0.88
	微波		11.38 ± 0.7	5.95	0.51
Ni	干法		0.55 ± 0.1	17.91	4.76
	湿法	0.67 ± 0.1	0.47 ± 0.1	29.85	4.23
	微波		0.61 ± 0.1	8.96	3.85
Zn	干法		10.84 ± 0.5	3.21	0.89
	湿法	11.2 ± 0.5	10.35 ± 0.8	7.59	1.57
	微波		11.07 ± 0.8	1.16	1.72

注：“±”后的数据为不确定度。

值来看，整个相对标准偏差范围在 0.17%~2.79%之间，整体上标准土样的 RSD 值明显低于前两种物质。总体来说，这三种前处理方式中，干法灰化法的相对标准偏差范围为 0.47%~4.76%；湿式消解法的相对标准偏差范围为 0.17%~4.23%；HNO₃-HCl-HF 微波消解法的相对标准偏差范围为 0.03%~5.18%；除对 Ni 元素测定的相对标准偏差值普遍较高外，其他的 Cu、Mn、Zn 元素基本与标准推荐值相吻合，测定精密度 RSD 值基本上在 5%以内(除对 GBW 10020 (GSB-11)中 Ni 元素采用微波消解法消解后的测定值 RSD 为 5.18%外)。实验结果表明，3 种方法均具有较好精密度。

Table 5. RSD test results of different digestion methods for GBW 10020**表 5.** 不同消解方法对 GBW 10020 的 RSD 试验测定结果

元素	方法	标准值(mg/kg)	实测值(mg/kg)	误差率(%)	RSD (%)
Cu	干法		6.45 ± 0.3	2.27	0.47
	湿法	6.6 ± 0.5	6.38 ± 0.1	3.33	3.02
	微波		6.82 ± 0.2	3.33	0.03
Mn	干法		29.69 ± 1	2.66	1.38
	湿法	30.5 ± 1.5	29.01 ± 0.5	4.89	0.84
	微波		31 ± 1.5	1.64	0.48
Ni	干法		0.95 ± 0.1	13.64	0.98
	湿法	(1.1)	0.89 ± 0.1	19.10	3.57
	微波		1.17 ± 0.1	6.36	5.18
Zn	干法		18.84 ± 1	4.67	1.00
	湿法	18 ± 2	17.96 ± 1	0.22	1.45
	微波		19.03 ± 0.5	5.72	1.88

注：“±”后的数据为不确定度，括号内的数值为参考值。

Table 6. RSD test results of different digestion methods for GBW 07405**表 6.** 不同消解方法对 GBW 07405 的 RSD 试验测定结果

元素	方法	标准值(mg/kg)	实测值(mg/kg)	误差率(%)	RSD (%)
Cu	干法		142.81 ± 5	0.82	2.32
	湿法	144 ± 6	138.93 ± 6	3.52	0.25
	微波		147.62 ± 6	2.51	1.59
Mn	干法		1357.59 ± 60	0.17	2.06
	湿法	1360 ± 71	1331.20 ± 50	2.12	2.03
	微波		1361.57 ± 50	0.12	0.97
Ni	干法		38.44 ± 3	3.90	1.85
	湿法	40 ± 4	37.61 ± 2	5.98	0.17
	微波		40.25 ± 3	0.63	0.42
Zn	干法		478.23 ± 30	3.19	2.22
	湿法	494 ± 25	425.67 ± 30	13.83	0.57
	微波		490.25 ± 30	0.76	2.79

注：“±”后的数据为不确定度。

3.4. 不同消解方法对测定结果准确度的影响

根据加标回收率加标原则，一般加标量为加标样品含量的 0.5~2 倍。采用三种不同的消解方式对标准土壤等三种样品进行前处理得到测试样品，在已知含量的土壤、胡萝卜以及柑橘叶标准样品中加入一定量的标准溶液，按照 2.4 小节中仪器测定条件测试样品，同时计算每种元素的加标回收率，结果见表 7、表 8 和表 9。

Table 7. Recovery test results of different digestion methods for GBW 10047**表 7.** 不同消解方法对 GBW 10047 的回收试验结果

元素	本底值(mg/kg)			加标浓度 (mg/kg)	测定值(mg/kg)			加标回收率(%)		
	干法	湿法	微波		干法	湿法	微波	干法	湿法	微波
Cu	3.98	3.84	4.06	5	8.74	8.66	9.23	95.20	96.40	103.40
Mn	10.99	10.67	11.38	15	24.97	24.64	26.03	93.20	93.13	97.67
Ni	0.55	0.47	0.61	1	1.54	1.52	1.57	99.00	105.00	96.00
Zn	10.84	10.35	11.07	15	25.88	24.86	25.98	100.27	96.73	99.40

Table 8. Recovery test results of different digestion methods for GBW 10020**表 8.** 不同消解方法对 GBW 10020 的回收试验结果

元素	本底值(mg/kg)			加标浓度 (mg/kg)	测定值(mg/kg)			加标回收率(%)		
	干法	湿法	微波		干法	湿法	微波	干法	湿法	微波
Cu	6.45	6.38	6.82	10	16.47	16.25	16.79	100.20	98.70	99.70
Mn	29.69	29.01	31.00	50	81.07	80.79	82.34	102.76	103.56	102.68
Ni	0.95	0.89	1.17	2	2.86	2.77	3.13	95.50	94.00	98.00
Zn	18.84	17.96	19.03	20	39.21	37.93	38.95	101.85	99.85	99.60

Table 9. Recovery test results of different digestion methods for GBW 07405**表 9.** 不同消解方法对 GBW 07405 的回收试验结果

元素	本底值(mg/kg)			加标浓度 (mg/kg)	测定值(mg/kg)			加标回收率(%)		
	干法	湿法	微波		干法	湿法	微波	干法	湿法	微波
Cu	142.81	138.93	147.62	150	292.76	289.12	297.55	99.97	100.13	99.95
Mn	1357.59	1331.20	1361.57	1400	2802.14	2745.32	2842.36	103.18	101.01	105.77
Ni	38.44	37.61	40.25	50	87.65	85.78	89.68	98.42	96.34	98.86
Zn	478.23	425.67	490.25	500	989.23	934.27	1009.55	102.20	101.72	103.86

从表 7、表 8 和表 9 中可以看出：干法灰化法的加标回收率范围为 93.2%~103.18%；湿式消解法的加标回收率范围为 93.13%~105%；HNO₃-HCl-HF 微波消解法的加标回收率在 96%~105.77%之间。其中采用微波消解法对标准土样 GBW 07405 测试 Mn 元素的加标回收率值最大为 105.77%，加标回收率值最小的是采用湿法消解对标准样品 GBW 10047 测定的 Mn 元素，其加标回收率为 93.13%。综合测试结果来看，三种样品前处理方式对四种元素均取得好的回收效果。

4. 结论

采用干法灰化法、湿式消解法和 HNO₃-HCl-HF 微波消解法三种方法，分别对国家标准物质 GBW 10047、GBW 10020、GBW 07405 中铜(Cu)、锰(Mn)、镍(Ni)、锌(Zn) 4 种元素进行测定。结果表明：三种前处理方法的加标回收率范围为 93.13%~105.77%，相对标准偏差范围为 0.03%~5.18%；结果表明，3 种方法均具有较好的准确度与精密度，但与标准值对比的结果来看，只有 HNO₃-HCl-HF 微波消解法测试结果较另外两种消解方式更加与真值吻合。且微波消解具有速度快、加热均匀、无滞后反应、溶剂用量少等特点。所以综合考虑，HNO₃-HCl-HF 微波消解法可作为这三类物质元素含量较好的前处理方法。

基金项目

贵州省基金项目(黔科合基础[2018]1147); 贵州省科技计划项目(黔科合支撑[2017]2510-1); 贵州省农业攻关计划项目(黔科合 NY 字[2009]3041); 贵州省科技计划项目(黔科合支撑[2016]2600)。

参考文献

- [1] 赵亚男, 韩瑜, 吴江峰, 等. ICP-AES 分析技术的应用研究进展[J]. 广东微量元素科学, 2010, 17(5): 18-24.
- [2] 王锴, 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, 2009, 23(2): 195-198.
- [3] 王欣美, 李丽敏, 王柯, 等. ICP-OES 法同时测定多维元素类药物中 10 种元素的含量[J]. 药物分析杂志, 2010(8): 1552-1555.
- [4] 丁海萍, 侯泽建, 周筱. ICP-OES 法测定粉煤灰中化学元素的 4 种前处理方法比较[J]. 化学试剂, 2019, 41(1): 73-76.
- [5] 孙玲玲, 宋金明, 林强, 等. 海带中 12 种元素 ICP-OES 检测的三种前处理方法对比研究[J]. 海洋科学, 2015(5): 9-15.
- [6] 刘丽莹, 梁立伟, 荣丽丽. 渣油金属测定中两种前处理方法的比较[J]. 石油化工, 2017(5): 111-115.
- [7] 尹明, 李家熙, 等. 岩石矿物分析[M]. 第 4 版. 北京: 地质出版社, 2011.
- [8] Martuzzi, M., Mitis, F., Bianchi, F.L., et al. (2009) Cancer Mortality and Congenital Anomalies in a Region of Italy with Intense Environmental Pressure Due to Waste. *Occupational and Environmental Medicine*, 66, 725-732. <https://doi.org/10.1136/oem.2008.044115>
- [9] 石元值, 马立峰, 韩文炎, 等. 茶叶中磷、钾、铅、锌等 17 种元素的快速测定方法研究[J]. 食品科学, 2006(1): 171-174.
- [10] 郑红艳, 郭雪勤, 朱志勋, 等. 土壤和沉积物重金属测定中不同前处理和分析方法的比较[J]. 广东化工, 2017, 44(16): 236, 242-244.
- [11] 魏永生, 郑敏燕, 耿薇. 微波消解-ICP-OES 法测定旱芹与西芹中的 21 种矿物元素[J]. 食品工业科技, 2014, 35(17): 285-288.
- [12] 曹蕾, 顷秀红, 魏永生. 微波消解-ICP-OES 法测定岷县当归中的矿质元素[J]. 应用化工, 2015, 44(11): 161-163.
- [13] 邱城, 余耀斌, 吴雪莲. 电感耦合等离子体发射光谱法分析青稞中微量元素的研究[J]. 中国农业科技导报, 2012(3): 100-106.
- [14] 赵文志, 张元, 杜少文, 等. ICP-MS 法测试地质样品的前处理研究[J]. 化学工程师, 2018, 269(2): 29-32.