ICS 13.080
CCS B 10

T/GXAS

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

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 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(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0.66 μg/g，测定范围2 μg/g～500 μg/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 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

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　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。

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。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。

5.2　硝酸(HNO_3)：ρ=1.40 g/mL。

5.3　盐酸（HCl）：ρ=1.19 g/mL。

5.4 氢氟酸（HF）：ρ=1.13 g/mL。
5.5 甘露醇（$C_6H_{14}O_6$）：AR。
5.6 硼标准储备液（ρ（B）= 1 000 μg/mL）:市售有证标准物质。
5.7 氩气（Ar）：Φ≥99.99%。
5.8 硝酸溶液（1%）：取 1 mL 硝酸（5.2），倒入烧杯中用水稀释后，转移入 100 mL 容量瓶定容，混匀，即用即配。
5.9 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。
5.10 混酸溶液：取 500 mL 盐酸（5.3）与 500 mL 氢氟酸（5.4）混合后，加入 25 g 氯化铵，溶解摇匀，即用即配。
5.11 锗内标溶液：锗（Ge），5 μg/mL。
5.12 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。
5.13 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 50.0 μg/mL。
5.14 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 10.0 μg/mL。

6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪：仪器能对 5 μg～250 μg 质量范围进行扫描，最小分辨率为在 5%峰高处 1 μ 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。
6.2 塑料容量瓶：100 mL。
6.3 磨口玻璃瓶：50 mL。
6.4 聚四氟乙烯坩埚：30 mL。
6.5 塑料比色管：10 mL。
6.6 带孔电热板：控温精度±5 ℃。
6.7 分析天平：精确至 0.1 mg。
6.8 电热恒温鼓风干燥箱：控温精度±5 ℃。

7 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 0.090 mm），经 105 ℃干燥 2 h，冷却后试样装入磨口玻璃瓶中备用。

8 分析步骤

8.1 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。

8.2 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。

8.3 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10.00 mL锗内标溶液（5.11），摇匀。冷却后分取0.5 mL清液于10 mL塑料比色管中，加入5 mL1%硝酸溶液（5.8）摇匀，制得样品溶液，待测。

8.4 标准工作曲线的绘制

8.4.1 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）、10.00 mL锗内标溶液（5.11），加水至150 mL，摇匀制得标准系列工作液，硼质量分别为0、2 μg、10 μg、20 μg、50 μg、100 μg。

8.4.2 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（R^2）应≥0.999，否则应重新绘制标准工作曲线。

8.5 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。

9 结果计算

9.1 硼含量计算

按式（1）计算硼的含量：

$$\omega(\mathrm{B}) = \frac{m_1 - m_0}{m_s} \quad \cdots\cdots (1.)$$

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）。

9.2 结果表示

测定结果保留三位有效数字。

10 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$\Delta \log C \leq \pm 0.1$，满足DZ/T 0130的测试要求。

11 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%。

12 质量保证和控制

12.1 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。

12.2 空白试验结果不应高于方法的定量限。

12.3 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）。

12.4 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。

附 录 A
（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。

表A.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	1500 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

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》（征求意见稿）编制说明

一、项目来源

根据《广西标准化协会关于下达 2022 年第七十八批团体标准制修订项目计划的通知》(桂协标﹝2022﴾188 号)文件精神，由广西壮族自治区地质矿产测试研究中心(国土资源部南宁矿产资源监督检测中心)提出，广西壮族自治区地质矿产测试研究中心(国土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、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共同起草的团体标准《土壤和沉积物　硼的测定　电感耦合等离子体质谱法》（项目编号：2022-7801）已获批立项。

二、项目背景及目的意义

硼(B)是一种非金属轻元素，在自然界中广泛存在，其存在形式主要有 3 种，即硼酸、硼酸盐及其与钠、镁、钙形成的络合物。硼是植物必需营养元素，能促进碳水化合物的转化和运转，加快植株生长发育，对植物生殖器官的形成和发育也起重要作用，还能增加植物的抗逆性，增强作物的抗旱、抗病能力等。

为贯彻落实国家有关第三次全国土壤普查的文件精神，各级检测单位纷纷按照国家指定检测指标及对应方法进行方法验证工作。经多家单位验证，硼的检测方法存在如下问题：1.指定方法检出限较高，而土壤中硼的含量较低，甚至相当一部分含量接近方

法检出限。因此，测定的准确度、精密度难以满足要求。2.易污染。指定方法均采用碱熔，由于碱中硼空白相对较高，加入量也难以完全一致，且提取测定过程中严禁使用含硼玻璃器皿，为检测引入新的污染源。3.指定方法的检测效率有待提高。指定方法中比色法相对分析手续较长，而原子发射光谱法中的测定液盐分较高，多样连续测定易堵塞雾化器，且结果不稳定。

2000 年以来，随着高精尖仪器(尤其是 ICP-OES 及 ICP-MS)的普及及分析测试技术的进步，已经成为地球化学调查样品和土壤中多元素分析非常重要的检测手段。在硼的检测中，ICP-OES 已有相关标准方法，而 ICP-MS 还未形成相应的标准方法。两者相比较，ICP-MS 具有更低的检出限，更少的干扰因素。结合土壤中硼含量的分布特点，开发 ICP-MS 测定土壤中硼的新方法就显得非常必要和紧迫。

电感耦合等离子体质谱法具有灵敏度高、干扰少、检测速度快的特点。近几年，有较多工作者尝试用电感耦合等离子体质谱法测定土壤中的硼。在样品消解分阶段，主要采用酸溶或碱熔两种方式。采用碱熔时，样品分解完全，但盐分高。由于电感藕合等离子体质谱法进样系统受盐分影响的限制，需用阳离子交换树脂除去大量盐分才能获得理想检测效果。因此，分析手续复杂，难以适应批量检测，单独测定时成本较高。而采用酸溶法分解时，往往为了避免蒸干时 B 的挥发损失，需加入磷酸或氢氟酸介质直接进样，这两种方式也存在一定的缺陷（磷酸引入空白较高，且

对截取锥损害较大；氢氟酸的腐蚀性较强，工作环境不利于人员的防护，需专用耐氢氟酸的整套进样系统），大批量检测时较少采用。针对上述问题，本方法提出了一种酸溶-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中硼的方法，主要是利用氯化铵及甘露醇的协同保护作用，在挥发除去氢氟酸时，避免了 B 的挥发损失及磷酸的加入，同时，有效地降低了 B 的检出限。该方法检测范围宽，更易掌握、能够满足批量的生产的需要。

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》的制定，为测定土壤和沉积物中的硼提供一种快速、准确、绿色环保的方法，能够有效提高土壤和沉积物中硼的测定效率，降低测定门槛，节省人力物力，助力高效完成全国第三次土壤普查的工作任务。

三、项目编制过程

（一）成立标准编制工作组

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》项目任务下达后，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)牵头组织成立了标准编制工作组，制定了标准编写方案，明确任务职责，确定工作技术路线，开展标准研制工作，具体由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、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相关人员配合。主要编制人员情况见表 1。

表 1　主要编制人员情况

序号	姓名	学历	专业	职称	专业工作年限	责任分工
1	阳国运	硕士	应用化学	教授级高工	30	指导方法试验、参与方法试验和方法验证，统筹标准编制工作，组织人员进行标准发布后的宣贯培训。
2	武明丽	硕士	分析化学	高工	14	制定项目设计书，组织方法精密度协作，试验与数据统计分析，标准文本及编制说明编写和修改
3	黄 浩	本科	材料科学与工程	高工	18	参与方法试验和方法验证工作
4	张文捷	本科	应用化学	高工	17	参与方法试验和方法验证工作
5	余 焘	硕士	环境化学	工程师	19	参与方法试验和方法验证工作
6	缪德仁	博士	应用化学	教授	30	参与方法试验和方法验证工作
7	陈宗定	硕士	化学工艺	助研	5	参与方法试验和方法验证工作

（二）收集整理文献资料

标准编制工作组收集了国内与硼测定相关的国家标准、行业标准、地方标准和团体标准有：GB/T 41435-2022《玩具材料中硼酸和硼酸盐含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》、GB/T 41153-2021《碳化硅单晶中硼、铝、氮杂质含量的测定 二次离

子质谱法》、GB/T 39138.3-2020《金镍铬铁硅硼合金化学分析方法 第 3 部分：铬、铁、硅、硼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、GB/T 20975.15-2020《铝及铝合金化学分析方法 第 15 部分：硼含量的测定》、NY/T 1121.8-2006《土壤检测 第 8 部分：土壤有效硼的测定》、MT/T 891-2000《煤矿水中硼的测定方法》、LY/T 1258-1999《森林土壤有效硼的测定》、HJ/T 49-1999《水质 硼的测定 姜黄素分光光度法》、DZ/T 0279.11-2016《区域地球化学样品分析方法 第 11 部分：银硼锡量测定 交流电弧-发射光谱法》、DB63/T 1826-2020《土壤中有效硼的测定 沸水浸提--电感耦合等离子体发射光谱法》、DB37/T 1409-2009《植物中硼的测定 甲亚胺-H 酸分光光度法》、DB34/T 2127.11-2014《区域地球化学调查样品分析方法 第 11 部分：发射光谱法银、硼、锡、铅含量的测定》、DB14/T 1240-2016《农作物中硼的测定》、T/QAS 051—2021《卤水 硼的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》。

（三）研讨确定标准主体内容

标准编制工作组在对收集的资料进行整理研究之后，标准编制工作组召开了标准编制会议，对标准的整体框架结构进行了研究，并对标准的关键性内容进行了初步探讨。经过研究，标准的主体内容包括方法原理、试剂及材料、仪器与设备、样品、分析步骤、结果计算、精密度、检出限。

（四）调研及形成草案、征求意见稿

2022 年 11 月,在前期工作的基础之上，通过理清逻辑脉络，整合已有的参考资料中有关硼的测定的要求，并结合土壤普查中硼测定实际要求的基础上，按照简化、统一等原则编制完成团体标准《土壤和沉积物　硼的测定　电感耦合等离子体质谱法》（草案）。

2022 年 12 月-2023 年 2 月，标准编制工作组根据分工，组织 3 家实验室对试验方法进行验证试验，并在南宁市组织相关领域专家对团体标准《土壤和沉积物　硼的测定　电感耦合等离子体质谱法》（草案）进行征求意见。经过多次讨论、研究、修改，最终形成团体标准《土壤和沉积物　硼的测定　电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿）和编制说明。

四、标准制定原则

（一）实用性原则

本文件是在充分收集相关资料和文献，分析测定方法当前现状，调研土壤和沉积物中硼测定方法情况，在现有国家、行业标准相关方法要求的基础上，结合实验室多次检测分析经验而总结起草的。符合当前土壤和沉积物中硼测定方法的方向与需求，有利于高效完成全国第三次土壤普查的工作任务，具有较强的实用性和可操作性。

（二）协调性原则

本文件编写过程中注意了与土壤和沉积物中硼的测定相关法律法规的协调问题，在内容上与现行法律法规、标准协调一致。

（三）规范性原则

本文件严格按照 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》的要求和规定编写本标准的内容，保证标准的编写质量。

（四）前瞻性原则

本文件在兼顾当前土壤和沉积物中硼测定方法现实检测情况的同时，还考虑到了土壤和沉积物中硼测定方法快速发展的趋势和需要，在标准中体现了个别特色性、前瞻性和先进性条款，作为对土壤和沉积物中硼的检测的指导。

五、标准主要章节内容及确定依据

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》主要内容包括方法原理、试剂及材料、仪器与设备、样品、分析步骤、结果计算、精密度、检出限。本方法试验编制组在前期收集、学习了大量国内外相关方法研究的文献、标准。针对硼测量过程中出现的问题，提出该分析方法，并对分析方法做了溶矿温度、蒸干温度、溶矿时间、内标元素的选择、氯化铵和甘露醇加入对消除硼的挥发损失等多方面的试验，并做了方法的精密度、检出限等相关试验。通过试验，验证了电感耦合等离子体质谱法适用于测定土壤中的硼，且已通过多家实验室进一步验证，并提交了相应国家方法发明专利申请书。

（一）原理

试样经盐酸、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。

（二）试剂和材料

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。在空白试验中，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，并确认已经影响试料中以上元素低量的测定，应净化试剂。

2、试剂和材料包括：

硝酸(HNO_3)：ρ=1.40 g/mL。

盐酸（HCl)：ρ=1.19 g/mL。

氢氟酸（HF)：ρ=1.13 g/mL。

甘露醇（$C_6H_{14}O_6$)：AR。

硼标准储备液（ρ（B）= 1 000 μg/mL）:市售有证标准物质。

氩气（Ar)：Φ≥99.99%。

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

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

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

锗内标溶液：锗（Ge），5 μg/mL。

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

硼标准中间溶液 A：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，此溶液质量浓度为 50.0 μg/mL。

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

条文说明：上述试剂和材料是经过试验方法验证后确定的。

（三）仪器设备

仪器设备包括：

电感耦合等离子体质谱仪：仪器能对 5 μg～250 μg 质量范围进行扫描，最小分辨率为在 5%峰高处 1 μ 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：100 mL。

磨口玻璃瓶：50 mL。

聚四氟乙烯坩埚：30 mL。

塑料比色管：10 mL。

带孔电热板：控温精度±5 ℃。

分析天平：精确至 0.1 mg。

电热恒温鼓风干燥箱：控温精度±5 ℃。

条文说明：以上仪器设备均是测定过程所需要的仪器设备或者可选择的仪器设备。

（四）测定步骤

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 0.090 mm），经 105 ℃干燥 2 h，冷却后试样装入磨口玻璃瓶中备用。

2、空白试验和验证试验

为了保证试验的可靠性，规定随同试料分析全过程做双份空白试验。选取同类型水系沉积物或土壤一级标准物质 2 个～4 个样品，随同试料同时分析。

3、试液的制备

称取0.2000 g样品于30 mL聚四氟乙烯坩埚中，加入4 mL混酸溶液，0.3 mL HNO_3,盖上盖子，在带孔电热板上升温至130 ℃，保温3 h，降温至100 ℃，开盖，加入1 mL 5%甘露醇，升温至150 ℃蒸干，保温10 min，加入5 mL 1+1王水提取，待可溶性盐溶解后加10.00 mL混合内标溶液，取下摇匀。冷却后，分取0.5

mL上清液于10 mL塑料比色管中，加入5 mL 1%稀HNO_3，摇匀，待测。

为了确定上述样品前处理条件，进行了优化试验。试验方法和结果如下：

（1）抑制保护剂的选择

考虑到硼元素易消除氟化物挥发的特性，在消解样品完全的同时，必须选择适当的保护剂抑制硼的挥发。为此，以硼标准溶液为研究对象，通过考察硼在不同介质中蒸干后溶液的测定值与标准值的差异，寻找合适的抑制保护剂。具体试验如下：

分取10 μg硼单标于一系列聚四氟乙烯坩埚中，分别按下表顺序加入不同的介质，然后在150℃蒸干，保温30min后，加入5mL（1+1）王水提取，加入10.00 mL混合内标溶液，摇匀，稀释10倍，以ICP-MS测定硼含量。测量数据见表2。

表 2　不同介质条件对硼的影响

序号	介质	测定结果
1	2mLHCl	5.16
2	2mLHNO_3	7.07
3	2mLHF	1.99
4	蒸馏水	0.21
5	0.1gNH_4Cl	6.35
6	0.1gNaCl	1.92
7	0.1gKCl	9.57
8	0.05g 甘露醇	9.8
9	0.1gNH_4Cl+2mLHCl+2mLHF	7.96
10	0.1gNH_4Cl+2mLHNO_3+2mLHF	6.73

11	0.1gNH_4Cl+2mLHF	7.8
12	0.1gNH_4Cl+2mLHF+0.05g 甘露醇	9.96
13	0.1gNaCl+2mLHCl+2mLHF+0.05g 甘露醇	10.43
14	0.1gKCl+2mLHCl+2mLHF+0.05g 甘露醇	10.46
15	0.1gNH_4Cl+2mLHCl+2mLHF+0.05g 甘露醇	10.04

由上表可以看出，在1-4组中，硼均有严重损失，尤其在3,4组中的损失最为严重；在单独有盐存在的5-8组中，对硼的挥发损失均有抑制，以铵盐、钾盐、甘露醇为好；在9-11组中，氯化铵与各种酸的组合对硼的损失虽有抑制，但仍不能满足要求；在12-15组中，硼均基本无损失，但是在13-15组中，因钾盐、钠盐的加入，使溶液盐分偏高，不仅导致仪器测定的稳定性变差，也不利于多元素的同时测定。因此，本方法选择氯化铵和甘露醇作保护剂。

（2）抑制保护剂用量的选择

在上述试验中，发现一些盐的存在对硼的损失有抑制保护作用。为准确反映氯化铵和甘露醇用量对硼的损失影响程度，将以硼标准溶液和土壤标准物质为研究对象。试验如下：

称取0.2000g样品或分取硼标准，加入4mL（1+1）盐酸和氢氟酸混酸、0.25mL HNO_3盖上盖子，置于电热板上于130℃分解3h。冷却至80℃，开盖后分别加入不同用量的NH_4Cl、甘露醇，在150℃温度下蒸干后，用 5mL（1+1）王水提取，加入10.00 mL混合内标溶液，摇匀后稀释10倍上机测定。试验数据见表3和表4。

表 3　NH_4Cl 用量对硼的影响

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：https://d.book118.com/905333012202011320