

F-HZ-DZ-TR-0146

土壤—痕量碘溴硒砷的测定—ICP-MS 法

1 范围

本方法适用于土壤及沉积物样品中碘溴硒砷的测定。方法的检出限 (10σ , $DF=100$) 为: Br 0.15 $\mu\text{g/g}$, I 0.028 $\mu\text{g/g}$, As 0.04 $\mu\text{g/g}$, Se 0.004 $\mu\text{g/g}$ 。

2 原理

用电感耦合等离子体 (ICP) 作为离子源。样品用碳酸钠和氧化锌混合熔剂半熔, 热水提取, 再用强酸性阳离子交换树脂将阴离子形式存在的分析元素与溶液中大量钠锌等阳离子分离后, 用电感耦合等离子体-质谱 (ICP-MS) 法同时测定。方法详细地研究了试样溶液的制备, 样品半熔温度, 时间, 熔剂量以及阳离子交换树脂的用量与交换时间的实验, 提出了最佳化的测定条件。

3 试剂和材料

3.1 732 强酸型阳离子交换树脂: 预先用盐酸处理成 H^+ 型, 再以蒸馏水洗至无 Cl^- , 抽滤干备用。

3.2 艾斯卡试剂: 优级纯碳酸钠与氧化锌按 $m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} + m_{\text{ZnO}} = 3+2$ 在玛瑙钵中研磨均匀。

3.3 经纯化的去离子高纯水 ($>18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$)。

3.4 硝酸, 4.8mol/L。

3.5 瓷坩埚和玻璃试管以及玻璃烧杯等器皿都用 4.8mol/L 硝酸溶液煮 1h, 后用去离子高纯水洗净, 烘干备用。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体-质谱 (ICP-MS) 仪器, 仪器工作参数见表 1。

表 1 ICP-MS 仪器主要工作参数

工作参数	设定值
RF 功率	1350W
冷却气流量 (Ar)	13.0L/min
辅助气流量 (Ar)	0.7L/min
雾化气流量 (Ar)	1.0L/min
采样锥 (Ni)	1.0mm
截取锥 (Ni)	0.7mm
测量方式	跳峰
扫描次数	50
停留时间	10000ms
每个质量通道数	3
总采集时间	26s
样品间隔清洗时间	60s
分析元素	同位素
溴	79
碘	127
硒	77
砷	75

5 试样的制备

将样品粉碎至粒度 100 μm ~74 μm ，在干净的房间风干。在称样测定时，另称一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 称取 1g 混合熔剂于 30mL 瓷坩埚中，再称取土样 0.25g（精确至 0.0001g）与熔剂充分混匀，最后再称取 0.5g 混合熔剂均匀覆盖在试样上面，将坩埚放入高温炉中，从低温升至 700 $^{\circ}\text{C}$ 后保持 40min 取出，冷却后将坩埚中混合物倒入 100mL 玻璃烧杯中，用水将坩埚冲洗干净，往烧杯中加入大约 20mL 水。将烧杯置于电热板上加热煮沸约 5min 后取下，冷却后用水冲入 25mL 试管中，并稀释至刻度，摇匀，静置澄清。取清液 10mL 于烧杯中，加入 8g 预先处理好的阳离子交换树脂，摇动后静态交换。放置约 1h 后干过滤分离掉树脂。滤液直接用 ICP-MS 测定。过程空白同样处理。

6.2 标准溶液的制备

采用国家一级土壤标准物质 GBW07406 作为标准，与样品同流程处理后作为标准溶液，其优点是可扣除同一本底，减少测定的系统偏差，特别是对于溴碘硒砷这些多形态存在的元素，用天然标准物质比较理想。

7 结果计算

将测出各元素的结果，按下式进行水份校正。

$$w(x) = \frac{\rho}{m \times K}$$

$w(x)$ ——某个被测出元素的质量分数， $\mu\text{g/g}$ 。

ρ ——测出元素的质量浓度， $\mu\text{g/g}$ 。

m ——测定试样的质量，g。

K ——水份系数。

8 精密度

同一份试样溶液连续测定 10 次，其精密度 RSD%为：Br 0.99%，I 1.11%，Se 2.77%，As 0.82%。

注 1：本法试样处理不用盐酸或高氯酸，避免了氯多原子离子对砷、硒测定的干扰；而且这两个元素又都以阴离子形式存在于溶兴中，实现了与溴碘的同时测定。如果样品中有少量 Cl 的干扰，可通过仪器软件设定的干扰校正公式校正。

9 参考文献

- [1] 李冰、史世云等. 电感耦合等离子体质谱法同时测定地质样品中痕量碘溴硒砷的研究. II 土壤及沉积物标准物质分析. 岩矿测试, 2001, 20 (4): 241.