

F-HZ-DZ-TR-0147

土壤—铀、钍的测定—ICP-MS 法

1 范围

本方法适用于土壤样品中痕量铀、钍的测定。检出限为： ^{238}U 4.32ng/L, ^{232}Th 5.25ng/L。

2 原理

用电感耦合等离子体(ICP)作为离子源,借助电感耦合等离子体-质谱(ICP-MS)仪器的分辨率高,干扰少,检出限低的特点,采用混合酸分解试样后,不经分离富集然后测定,取得良好的结果。

3 试剂和材料

3.1 王水,硝酸+盐酸=1+3。

3.2 氢氟酸(ρ 约 1.15g/mL)。

3.3 硝酸,8mol/L、0.32mol/L。

3.4 聚四氟乙烯烧杯。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体-质谱(ICP-MS)仪器,扫描范围 208~250 μ ,通道数 20,测量停留时间 160 μ s,采样深度 10mm,积分时间 30s。

4.2 射频发生器,输出功率 1350W,反射功率<5W。

4.3 气动雾化器,水冷双层雾室,Fassel 型炬管;氩气流量:冷却气 13L/min,载气 0.8L/min,辅助气 0.6L/min,试样提升量 0.75L/min。

5 试样的制备

将试样粉碎至粒度 100 μ m~74 μ m,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 试样溶液的制备

称取 1g 风干土样(精确至 0.0001g),置于铂金坩埚内,将其套在瓷坩埚中于高温炉内 650 $^{\circ}\text{C}$ 灰化 1h,冷却至室温后转移到带盖聚四氟乙烯烧杯中,依次加入 20mL 王水,10mL 氢氟酸,并置于电热板上低温加热消解,蒸发,最后用 8mol/L 硝酸溶解并蒸至湿盐状,用 0.32mol/L 硝酸定容于 50mL 容量瓶中,分取 1mL 试样溶液于 25mL 容量瓶中(含 25 μ g/L ^{209}Bi 作内标),定容待测。

6.2 标准溶液的制备

采用国家级标准 GBW(E)080173 和 GBW(E)080174 铀、钍标准溶液,用 0.32mol/L 硝酸溶液稀释成铀、钍混合标准溶液浓度 0, 50, 100, 500, 1000ng/L 作校准曲线。

6.3 基体抑制效应及校正

基体元素铝,铁,钙,镁,钠,铀,钍的测定有抑制作用,采用 ^{209}Bi 作内标对基体元素的影响补偿较好。

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

用 GEW07401 平行测定 5 次，其 RSD%为：U 6.5%，Th9.3%。

注 1：由于 ICP-MS 仪器灵敏度高，适当加大稀释倍数可以降低基体对测定铀、钍的影响，但稀释因子过大，测定误差也会增大，实验选择了稀释 1250~1500 倍时，分析结果的精密度和准确度较好。

注 2：实验比较了几种消解实验：

①灰化，HNO₃-HF-H₂O₂ 溶解；

②灰化，王水-HF 溶解；

③直接 HNO₃-HF-HClO₄ 溶解；

④王水-HF-H₂O₂ 直接溶解。

结果②种方法较好，用酸量少，时间短，有机物破坏完全。

9 参考文献

- [1] 吉艳琴，李金英. 电感耦合等离子体质谱测量土壤中痕量铀和钍. 岩矿测试，2000，19 增刊，34.