



## 地调样品中痕量 Bi 的测试方法比较

易建春, 赵朝辉, 汪彤芸

(中国地质科学院矿产综合利用研究所, 四川 成都 610041)

**摘要:**因地调样品处理量大, 为提高工作效率, 本文针对地调样品中痕量 Bi 的分析, 通过原子荧光光谱法 (AFS) 和等离子质谱法 (ICP-MS) 的比较, 证明了 ICP-MS 法同样具有很好的可行性和适用性。

**关键词:** 铋; 原子荧光光谱法; 等离子质谱法

**中图分类号:** O652 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-6532(2009)05-0047-02

地调样品分析要求快速、准确, 以便处理大批量的样品并检出百万分之几甚至含量更低的痕量元素<sup>[1,2]</sup>。目前, 测定地调样品中的铋最常用的方法是原子荧光光谱法 (AFS), 但现有的原子荧光光谱仪多是单道或者双道的, 处理大批量多元素分析时效率低下。为此, 本文通过测试方法对比实验, 确定选择等离子质谱法 (ICP-MS) 测定铋, 以提高分析速度和工作效率。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器

双道原子荧光光谱仪 (AFS-2202E, 北京海光仪器公司); 电感耦合等离子体质谱仪 (Thermo Xseries II, 美国热电公司)。

#### 1.2 主要试剂

盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸、硼氢化钾、氢氧化钾、硫脲、抗坏血酸, 均为优级纯。

#### 1.3 操作步骤

##### 1.3.1 AFS 法

准确称取样品 0.2500g 于 25mL 比色管中, 加入新配制的王水 (1+1) 10mL, 摇匀, 置于沸水浴中, 加热 1h, 期间摇 2~3 次。取下冷却后, 加 5% 硫脲-5% 抗坏血酸 5mL, 用 5% HCl 稀释至刻度, 摇匀。同时作空白试验, 与标准系列在相同条件下测定<sup>[3]</sup>。

AFS 工作条件: 负高压 300V; 原子化器高度 8mm; 载气流量 400mL/min; 屏蔽气流速 1000mL/min; 延迟时间 1.0s; 读数时间 10s。

##### 1.3.2 ICP-MS 法

称取 0.2500g 样品放入 50mL 聚四氟乙烯烧杯中。用少量去离子水润湿; 依次加入 10mLHF、10mLHNO<sub>3</sub>、2mLHClO<sub>4</sub>, 将聚四氟乙烯烧杯放置于 270℃ 的电热板蒸发至 HClO<sub>4</sub> 冒烟, 乘热加入 10mL 新配制的王水, 在电热板上微热至溶液清亮, 取下冷却; 将溶液转入 25.0mL 比色管中, 稀至刻度, 摇匀。以 103Rh 作为内标, 选取 61Bi 测定。

ICP-MS 工作条件: 入射功率为 1350W; 载气流量为 0.78L/min; 辅助气流量为 0.7L/min; 扫描方式为跳峰; 测量通道 3。

## 2 结果与讨论

### 2.1 检出限比较

平行进行 12 份样品空白溶液的测定, 计算测定值的标准偏差  $s$ , 以  $6s$  计算, 同时考虑称样量和稀释倍数得到方法检出限, 其结果见表 1。实验结果表明: 两种方法都能满足地球化学普查 Bi 分析检出限要求 (0.1 $\mu$ g/g), 但原子荧光光谱法测定 Bi 具有更低的检出限。

### 2.2 精密度和准确度比较

按照本文制定的方法步骤, 选择国家一级标准

收稿日期: 2009-02-23

作者简介: 易建春 (1982-), 男, 硕士, 助理工程师, 主要从事岩石矿物的分析测试。

表1 检出限比较

项目	S	检出限/ $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$
AFS	0.083	0.050
ICP-MS	0.107	0.064

物质 GSR6、GSD2、GSS14、GSS6, 各称取 12 份, 测定 Bi 的含量, 计算相应的精密度(相对标准偏差 RSD%)及准确度( $\Delta \lg C$ )。

从表 2 可知, 测定值与标准值吻合, AFS 比 ICP-MS 有更好的精密度, 但是两种方法的相对标准偏

表2 精密度和准确度比较

项目	GSR6		GSD2		GSS14		GSS6	
	AFS	ICP-MS	AFS	ICP-MS	AFS	ICP-MS	AFS	ICP-MS
1	0.17	0.15	1.55	1.49	0.34	0.35	47.48	48.3
2	0.19	0.15	1.56	1.51	0.33	0.36	47.92	50.13
3	0.18	0.16	1.55	1.53	0.33	0.36	45.67	49.22
4	0.17	0.14	1.51	1.49	0.33	0.37	53.67	44.84
5	0.17	0.13	1.54	1.51	0.32	0.38	43.73	45.08
6	0.15	0.14	1.53	1.47	0.31	0.37	49.07	44.96
7	0.16	0.16	1.55	1.48	0.32	0.39	47.19	46.52
8	0.17	0.15	1.55	1.50	0.33	0.33	48.30	46.84
9	0.17	0.14	1.51	1.57	0.33	0.34	48.57	49.30
10	0.17	0.16	1.53	1.58	0.34	0.36	47.13	46.13
11	0.17	0.15	1.58	1.43	0.34	0.37	47.45	48.45
12	0.17	0.17	1.53	1.49	0.34	0.38	48.72	46.19
平均值	0.17	0.15	1.54	1.50	0.33	0.36	47.91	47.16
RSD%	8.84	9.60	6.43	9.00	6.56	6.33	5.30	5.44
$\Delta \lg C$	0.026	0.028	0.027	0.039	0.026	0.012	0.010	0.017

注:  $\Delta \lg C = |\Delta \lg C_{\text{平均}} - \Delta \lg C_{\text{标准}}|$

差 RSD% 均在 10% 以内,  $\Delta \lg C$  均小于 0.1, 说明两种方法的准确度、精密度都完全满足地球化学普查分析方法的要求。

### 3 结 论

上述实验表明, 虽然原子荧光光谱法比等离子体光谱法测定地调样品中 Bi 具有更低的检出限和更好的精密度, 但是用等离子体光谱法测定地调样品中 Bi 是完全可行的, 在处理大批量、多元素测定的地调样品时, 该法能提高分析速度和测试效率, 其准确度和精密度都完全满足地球化学普查分析方法的要求。

### 参考文献:

- [1] 李冰, 杨红霞. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)技术在地学研究中的应用[J]. 地学前缘, 2003, 10(2): 367~378.
- [2] 叶家瑜, 江宝林. 区域地球化学勘探样品分析方法[M]. 北京: 地质出版社, 2004.
- [3] 洪伟敏, 王水清. 原子荧光光谱法测定地质样品中的砷、铋[J]. 江西化工, 2006(1): 70~71.
- [4] 刘颖, 刘海臣, 李献华. 用 ICP-MS 准确测定岩石样品中的 40 余种微量元素[J]. 地球化学, 1996, 25(6): 552~558.

## Comparison of the Methods for Determination of Trace Bismuth in Geological Survey Samples

YI Jian-chun, ZHAO Chao-hui, WANG Tong-yun

(Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, CAGS, Chengdu, Sichuan, China)

**Abstract:** A comparison is made between two determination methods—ICP-MS (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry) and AFS (Atomic Fluorescence Analysis) for determining trace bismuth in geological survey samples. Experimental results confirmed that ICP-MS method has satisfactory feasibility and serviceability.

**Key words:** Bismuth; AFS; ICP-MS