



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—202X

土壤、水系沉积物 碘含量的测定 氨水封闭溶解-电感耦合等离子体质谱法

Soil and stream sediment—Determination of iodine content—Pressurized ammonia
extraction inductively coupled plasma mass spectrometry

(报批稿)

(本稿完成日期：2021年2月)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试验条件	1
6 试剂或材料	2
7 仪器设备	2
8 试样	2
9 试验步骤	3
9.1 空白试验	3
9.2 验证试验	3
9.3 试料分解	3
9.4 测定	3
9.5 校准曲线的绘制	3
10 试验数据处理	3
11 精密度	3
12 正确度	4
13 质量保证和控制	4
附 录 A （资料性） 仪器参考工作条件	5
附 录 B （资料性） 实验室间协作试验数据统计结果	6
参 考 文 献	7

前 言

本文件按照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》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》给出的规则起草。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC93）归口。

本文件起草单位：国家地质实验测试中心。

本文件主要起草人：刘崴、杨红霞、李冰、马新荣、胡俊栋。

土壤、水系沉积物 碘含量的测定

氨水封闭溶解-电感耦合等离子体质谱法

警示——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规定的条件。

1 范围

本文件规定了氨水封闭溶解-电感耦合等离子体质谱法测定土壤和水系沉积物中碘含量的方法。
本文件适用于土壤和水系沉积物中碘含量的测定。
方法检出限为0.07 $\mu\text{g/g}$ ，测定范围为0.23 $\mu\text{g/g}$ ~100 $\mu\text{g/g}$ 。

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 6041 质谱分析方法通则。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法。

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。

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第1部分：吸附水量测定。

GB/T 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法。

JJF 1159 四级杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经稀氨水在密封溶样器中加热提取碘，采用电感耦合等离子体质谱仪测定样品溶液，以碘元素同位素 ^{127}I 定性，在一定浓度范围内，碘元素质谱计数值与碘元素的质量浓度成正比，通过测定碘元素质谱计数值来计算样品中碘的含量。

5 试验条件

电感耦合等离子体质谱仪检测时的温度、湿度、电压和频率等试验条件应符合GB/T 6041和JJF 1159的相关要求。

6 试剂或材料

本文件除非另有说明，在分析中所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水或GB/T 33087规定的仪器分析用高纯水。

6.1 氨水 [$\omega(\text{NH}_3) = 25\% \sim 28\%$]。

6.2 氨水溶液 (1+9)。

6.3 氨水溶液 (1+99)。

6.4 铍、钴、铟、铈、铀混合质谱调谐液 [$\rho(\text{Be}, \text{Co}, \text{In}, \text{Ce}, \text{U}) = 1 \text{ ng/mL}$]：分别取 Be、Co、In、Ce、U 的标准储备溶液 ($\rho = 1.0 \text{ mg/mL}$) 或者用市售有证单元素标准储备溶液用硝酸 (2+98) 逐级稀释至质量浓度为 1 ng/mL 的混合溶液。

6.5 碘标准储备溶液 [$\rho(\text{I}) = 1.000 \text{ mg/mL}$]：准确称取 1.3080 g 经 105°C 烘干的优级纯碘化钾 (KI)，置于烧杯中，用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6 铯标准储备溶液 [$\rho(\text{Re}) = 1.000 \text{ mg/mL}$]：准确称取 1.4406 g 高纯铯酸铵 (NH_4ReO_4) 置于烧杯中，用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7 碘标准溶液 [$\rho(\text{I}) = 10.0 \mu\text{g/mL}$]：取 5.00 mL 碘标准储备溶液 (6.5)，用水稀释到 500 mL ，摇匀。

6.8 碘校准溶液：用碘标准溶液 (6.7) 按表 1 配制碘校准溶液系列，分别置于 100 mL 棕色容量瓶中，用氨水溶液 (6.3) 稀释至刻度，摇匀。也可使用市售有证碘标准溶液进行稀释。配制的碘校准溶液的质量浓度见表 1。碘校准溶液现用现配。

表 1 碘校准溶液系列

单位为纳克每毫升

元素	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
碘	0	5.00	50.0	100	200	500

6.9 铯内标溶液：用水将铯标准储备溶液 (6.6)，或者市售有证单元素标准储备溶液逐级稀释成适当浓度，用蠕动泵在线加入，内标溶液的参考浓度约为 $10 \text{ ng/mL} \sim 100 \text{ ng/mL}$ 。

7 仪器设备

7.1 电感耦合等离子体质谱仪。

7.2 分析天平：感量 0.1 mg 。

7.3 数显温控烘箱：最高温度为 250°C ，控温精度 $\pm 5^\circ\text{C}$ 。

7.4 离心机：最高转速为 10000 r/min 。

7.5 密封溶样器：不锈钢外钢套，聚四氟乙烯内罐，容积为 15 mL 。

7.6 带刻度试管： 10 mL 。

8 试样

8.1 按照 GB/T 14505 的相关规定，试样的粒径应小于 $74 \mu\text{m}$ 。

8.2 试样在室温下自然风干后，置于干燥器中备用。

8.3 称取 0.1 g 试样，精确到 0.1 mg ，此为试料。

8.4 室温干燥后的试样需按照 GB/T 14506.1 中规定的方法测定吸附水。

9 试验步骤

9.1 空白试验

随同试料进行双份空白试验，所用试剂应取自同一瓶试剂，加入同等的量。

9.2 验证试验

随同试料分析同类型、含量相近的标准物质。

9.3 试料分解

9.3.1 将试料（8.3）置于密封溶样器的聚四氟乙烯内罐（7.5）中，加入 5 mL 氨水溶液（6.2），盖上坩埚盖，装入钢套中，拧紧，放入烘箱（7.3）中，温度控制在 $185\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，加热 15 h。

9.3.2 待冷却后开盖，取出内罐，用水将内罐中溶液连同沉淀一起移入 10 mL 刻度试管中（7.6），用水稀释至刻度，摇匀。

9.3.3 放置澄清或用离心机（7.4）离心，此为试料溶液。

9.4 测定

按照仪器操作说明中规定条件启动仪器（参见附录 A 表 A.1）。选择分析元素同位素和内标元素同位素（参见附录 A 表 A.2），编制试料分析表。仪器点燃后至少稳定 30 min。用质谱调谐溶液（6.4）进行仪器参数最佳化调试。通过三通在线引入内标元素溶液（6.9），分别测量校准溶液（6.8）、全程试剂空白溶液（9.1）、标准物质溶液（9.2）和试料溶液（9.3.3）中碘元素的浓度值。

9.5 校准曲线的绘制

以校准溶液系列中碘元素的质量浓度为横坐标，碘元素与内标元素质谱信号的相对强度为纵坐标，建立校准曲线。从校准曲线上查得试料溶液中碘元素的浓度值。

10 试验数据处理

试样中待测成分碘的含量以质量分数 ω_i 计，数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示时，按公式（1）计算：

$$\omega_i = \frac{(\rho_i - \rho_{i0}) V_0}{[1 - \omega(\text{H}_2\text{O})\%] m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_i —— 试料测定溶液中待测成分的质量浓度的数值，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

ρ_{i0} —— 空白试验溶液（9.1）中待测成分质量浓度的数值，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V_0 —— 试料溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）；

$\omega(\text{H}_2\text{O})$ —— 试样吸附水质量分数的数值，以百分含量计（%）；

m —— 试料质量的数值，单位为克（g）。

所得结果按 GB/T 14505 表示为：XXX $\mu\text{g/g}$ 、XX.X $\mu\text{g/g}$ 、X.XX $\mu\text{g/g}$ 、0.XX $\mu\text{g/g}$ 。

11 精密度

11.1 按照 GB/T 6379.2 规定的方法，确定氨水封闭溶解-电感耦合等离子体质谱法测定土壤、水系沉积物中碘含量的重复性和再现性即方法精密度数据统计结果见表 2 和参见附录 B 相关部分。

11.2 在重复性条件下获得的两次独立的测试结果，在表 2 给出的水平范围内，其绝对差值超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%，重复性限 (r) 按表 2 所列方程式计算。

11.3 在再现性条件下获得的两次独立的测试结果，在表 2 给出的水平范围内，其绝对差值超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%，再现性限 (R) 按表 2 所列方程式计算。

表2 方法精密度

单位为微克每克

元素	水平范围 m^a	重复性限 r	再现性限 R
碘	0.44~60.9	$r=0.082m$	$R=0.1538+0.1390m$
注： 精密度数据是依据GB/T 6379.2，由9家实验室对6个含量水平样品，分别在重复性条件下测定4次，对数据统计剔除离群值后计算得到。			
^a 测定结果的平均值。			

12 正确度

按 GB/T 6379.4 规定的方法，确定氨水封闭溶解-电感耦合等离子体质谱法测定土壤、水系沉积物中碘含量的方法正确度数据参见附录 B 相关部分。

13 质量保证和控制

13.1 每批试样分析，应同时进行双份空白试验、20%~30%的平行试验（当样品数量不超过 5 个时，应进行 100%的平行试验）和 1 个或 2 个同类型且含量相近的标准物质验证试验。如果平行试验结果不能满足要求，应检查试样粒径是否满足本文件的粒径要求。

13.2 如果试料测定溶液中待测元素质量浓度超出曲线线性范围上限，应进行逐级稀释。

13.3 校准曲线一次拟合的相关系数 $\gamma \geq 0.999$ 。

13.4 每测试 10 个~20 个试料溶液后，选取一个校准溶液核查校准值，以监控仪器的稳定性。校正标准的分析结果应在要求值的 10%以内，否则应停止分析，解决存在的问题并再次校准仪器。

附 录 A
(资料性)
仪器参考工作条件

以某电感耦合等离子体质谱仪为例，仪器参考操作条件见表A.1；分析元素同位素、内标元素同位素、方法检出限（3SD）、方法定量限（10SD）见表A.2。

表A.1 电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件

仪器参数	设定值
ICP功率/W	1350
冷却气流量/(L/min)	13.0
辅助气流量/(L/min)	0.7
雾化气流量/(L/min)	1.0
跳峰/(点/质量)	3
停留时间/(毫秒/点)	20
扫描次数/次	40
测量时间/s	60

表A.2 分析元素同位素、内标元素同位素、方法检出限及方法定量限

分析同位素	内标元素	方法检出限/($\mu\text{g/g}$)	方法定量限/($\mu\text{g/g}$)
^{127}I	^{185}Re	0.07	0.23

附录 B

(资料性)

实验室间协作试验数据统计结果

根据GB/T 6379.2和GB/T 6379.4，确定了测量方法的重复性限与再现性限以及分析方法的偏倚，统计结果见表B。

表B 土壤、水系沉积物样品中碘量：重复性限与再现性限及测量方法偏倚统计结果

统计参数	水平					
	GCS-1	GBW07402	GBW07406	GCD-1	GCD-2	GBW07311
参加实验室数 (P)	9	9	9	9	9	9
可接受结果的实验室数 (p)	7	9	9	9	8	8
总平均值 (\bar{y}) / ($\mu\text{g/g}$)	60.9	1.83	20.4	40.2	0.44	2.05
标准值 (μ) / ($\mu\text{g/g}$)	(68.6)	1.8±0.2	19.4±1.0	(42)	(0.842)	2.0±0.3
重复性标准差 (S_r) / ($\mu\text{g/g}$)	1.40	0.06	0.37	0.89	0.026	0.047
重复性变异系数/%	2.30	3.18	1.81	2.21	5.97	2.28
重复性限 (r) / ($\mu\text{g/g}$)	3.92	0.16	1.03	2.48	0.07	0.13
再现性标准差 (S_R) / ($\mu\text{g/g}$)	3.55	0.062	1.61	1.96	0.12	0.075
再现性变异系数/%	5.82	3.41	7.88	4.88	26.8	3.68
再现性限 (R) / ($\mu\text{g/g}$)	9.93	0.17	4.50	5.49	0.33	0.21
测量方法偏倚 (δ) / ($\mu\text{g/g}$)	-7.68	0.034	0.97	-1.82	-0.40	0.047
$\delta - AS_R^a$ / ($\mu\text{g/g}$)	-10.2	0.01	-0.055	-2.99	-0.48	0.003
$\delta + AS_R^a$ / ($\mu\text{g/g}$)	-5.22	0.058	2.00	-0.64	-0.32	0.091
相对误差 (RE) /%	-11.2	1.89	5.01	-4.33	-47.8	2.35

^a AS_R 为测量方法偏倚的95%置信区间。
() 括号内数值为参考值。

参 考 文 献

- [1] GB/T 20000.1-2014 标准化工作指南 第1部分：标准化和相关活动的通用术语.
-