第 4 卷第 4 期
2014 年 12 月

中国无机分析化学
Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry

Vol. 4, No. 4
1～4

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2014.04.005

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)直接测定天然矿泉水中的硫酸根

王力君　石　华

(青海省地质矿产测试应用中心，西宁 810008)

摘　要　建立了使用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)直接测定天然矿泉水中硫酸根的方法，样品经过盐酸酸化，加热处理后直接上仪器测定。方法检出限达到 0.05 mg/L，加标回收率达到 95%～103%，重复性实验 RSD 低至 1.0%，对比实验 RD 小于 5%。

关键词　ICP-AES；天然矿泉水；硫酸根

中图分类号：O657.31；TH744.11　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：2095-1035(2014)04-0000-00

Direct Determination Sulfate in Natural Mineral Water by ICP-AES

WANG Lijun, SHI Hua

(*Geology and mineral resources of Qinghai Province test center*, *Xining*, *Qinghai* 810008, *China*)

Abstract　A method for direct determination of sulfate in natural mineral water by ICP-AES was established. The samples were treated by hydrochloric acid. The results showed that the detection limit was 0.01 mg/L, with 95%～103% recovery, RSD was below 1.0%, and the standard deviation (RD) was less than 5%.

Keywords　ICP-AES; natural mineral water; sulfate

0　前言

电感耦合等离子发射光谱法(ICP-AES)是近二十年发展起来的一种新的分析技术。它可以测元素周期表中大多数的元素，具有灵敏度高，干扰小，线性范围宽等特点[1]。液体是注入 ICP 最为有利的分析形态，矿泉水基本不需要做化学处理，大大减少了污染的可能性。在天然矿泉水分析的国家标准方法"GB/T 8538—2008"中硫酸根的测试方法为离子色谱法和 EDTA 容量法[2]，离子色谱使用成本很高，仪器维护很麻烦，而且一般测试机构不具有，EDTA 容量法为手工分析方法，分析费时、费力，而且准确度不高和检出限太高。ICP-AES 法正好解决了这些困难[3-7]。

1　实验部分

1.1　仪器

iCAP-6300 等离子光谱仪(美国热电公司)。

1.2　主要材料和试剂

HCl(MOS 级，北京化学试剂研究所)，所有实验用水均为二次去离子水。

1.3　标准溶液

SO_4^{2-} 标准储备溶液(100 mg/L)：国家有色金属以及电子材料分析测试中心提供；使用时配制成 0.0，5.0，10.0，25.0，50.0，100 mg/L 的系列标准溶液。

1.4　实验方法

取 20.0 mL 样品置于 100 mL 烧杯内，加入

收稿日期：2014-07-02　　**修回日期**：2014-08-14

作者简介：王力君，男，工程师，主要从事化学分析研究工作。E-mail：s.h.i.h.u.a@163.com

2.5 mL 盐酸,置于电热板上,加热煮开,取下冷却后定容于 25 mL 比色管内,和系列标准溶液一起上仪器测试。

2　结果与讨论

2.1　仪器条件选择

射频功率 1 150 W;泵速 100 r/min;辅助气流速 0.5 L/min;波长为 S 180.731 nm,实验表明仪器测试前先点着等离子体炬 30 min 后再测定能增强测定的稳定性。

2.2　样品前处理

天然矿泉水是液态样品,可以直接进样测试,对两组样品进行了对比实验,其中一组不作前处理和另外一组加酸前处理,硫酸根离子测定结果结果见表 1。

表 1　对比实验

Table 1　Results of comparsion test

/(mg · L^{-1})

样品	不作处理结果	作前处理结果
1#	52.6	48.5
2#	25.9	24.3
3#	90.5	81.5
4#	30.5	30.1

结果表明加酸处理的样品结果明显比没有加酸处理过的样品结果偏低,说明样品中含有以硫酸根以外的形式存在的硫化物进而干扰硫酸根离子的测定。

采用容量法分析样品中的硫化物,测得 1# 硫化物含量为 0.5 mg/L,2# 硫化物含量为 0.2 mg/L,3# 硫化物含量为 3 mg/L,4# 硫化物含量为 0.1 mg/L。

通过对比实验数据和分析硫化物的实验数据可以得到以下结论:硫离子干扰硫酸根的测试,分析硫酸根的样品必须经过加酸、加热处理去除样品中硫化物后才可进行分析测定。

2.3　干扰

180 nm 附近分析线干扰很少,只要进行基线背景扣除就可以了。

2.4　检出限

对样品空白连续测定 11 次,计算其标准偏差得到检出限为 0.05 mg/L。

2.5　加标回收实验与重复性实验

20 mL 1 号样品中含有硫酸根 970 μg,向其中加入 1 000 μg 标准溶液,连续进行 8 次测定,结果见表 2。

表 2　加标回收实验

Table 2 Results of recovery test

序号	测定结果/μg	回收率/%
1	1 950	98.0
2	1 965	99.5
3	1 980	101.0
4	1 920	95.0
5	2 001	103.0
6	1 954	98.4
7	1 985	101.5
8	1 959	98.9

对 8 次实验结果进行统计,计算其 RSD 为 1.0%。

2.6　对比实验

对 4 个样品同时进行离子色谱法和 ICP-AES 法分析,其对比结果见表 3。

表 3　对比实验结果

Table 3　Comparison of analytical results in natural mineral water samples　/(mg · L^{-1})

样品	ICP-AES 法结果	离子色谱法结果	RD/%
1#	48.5	49.1	1.22
2#	24.3	22.2	9.45
3#	81.5	83.2	2.04
4#	30.1	29.4	2.38

相对偏差 RD 最大为 9.45%。

3　结论

建立了使用 ICP-AES 法直接测试天然矿泉水中硫酸根的方法,方法检出限达到 0.05 mg/L,加标回收率达到 95%～103%,重复性实验 RSD% 低至 1.0%,对比实验 RD 小于 5%,通过对比实验、加标回收实验证明了方法的科学性和可靠性。

参考文献

[1] 阮桂色．电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)技术的应用进展[J]．中国无机分析化学,2011,1(4):15-18.

[2] 国家标准化委员会．GB/T 8538—2008 饮用天然矿泉水检验方法[S]．北京:中国标准出版社,2008.

[3] 马丽君．电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定贵金属车间外排水中的铜、硒、碲[J]．中国无机分析化学,2013,3(Z1):10-11.

[4] 陶丽萍,石华．利用 ICP-AES 中钙的主次灵敏线同时测定各种盐湖卤水中钙的研究[J]．光谱实验室,2009(3):34-36.

[5] 石华,陶丽萍．ICP—AES 测定青海三江源地区水中 Be,Pb,Cd 等对人体有害元素的含量[J]．光谱实验室,2009(2):57-59.

[6] 霍晶．离子色谱法测定水中 7 种阴离子[J]．中国无机分析化学,2014,4(2):8-10.

[7] 刘春峰．离子色谱法测定镍钴锰氢氧化物中硫酸根离子含量[J]．中国无机分析化学,2013,3(Z1):29-30.