

T/QAS

青海省标准化协会团体标准

T/QASXXXXX—2021

卤水重金属的测定电感耦合等离子体质谱法

2021-XX-XX 发布

2021-XX-XX 实施

青海省标准化协会

发布

前 言

本文件按照 GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》规定起草。

本文件由青海省柴达木综合地质矿产勘查院提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：青海省柴达木综合地质矿产勘查院、青海省地质矿产测试应用中心、青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：刘磊、张婵、薛超群、郭敏、马成冰、李得刚、石华、朱琳、杜作朋、刘宏、王兴权。

卤水中重金属的测定电感耦合等离子体质谱法

警示：使用本文件的人员应经培训后方能使用。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者应采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了卤水中重金属的测定方法。

本文件适用于卤水中重金属的测定。方法检出限：V:0.022 ug/L；Cr:0.036 ug/L；Mn:0.072 ug/L；Co:0.053 ug/L；Ni:0.33 ug/L；Ga:0.048 ug/L；As:0.082 ug/L；Sr:0.20 ug/L；Mo:0.036 ug/L；W:0.070 ug/L；Tl:0.043 ug/L；Pb:0.058 ug/L；

测定范围：V:0.022ug/L~100.0ug/L；Cr:0.036ug/L~100.0ug/L；Mn:0.072ug/L~100.0ug/L；Co:0.053ug/L~100.0ug/L；Ni:0.33ug/L~100.0ug/L；Ga:0.33ug/L~100.0ug/L；As:0.082ug/L~100.0ug/L；Sr:0.20ug/L~100.0ug/L；Mo:0.036ug/L~100.0ug/L；W:0.070ug/L~100.0ug/L；Tl:0.043ug/L~100.0ug/L；Pb:0.058ug/L~100.0ug/L；

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

卤水经稀释后，利用电感耦合等离子体作为离子源，将试料中的被测元素离子化，根据被测元素离子质荷比的计数，采用标准曲线法，根据稀释倍数计算试样中的被测元素含量。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 多元素准储备液 100ug/mL；

5.2 多元素标准工作液（1 μg/mL），用水逐级稀释多元素标准储备溶液配制；

- 5.3 铈标准储备液（1000 μg/mL）；
- 5.4 铈内标元素工作液（200ng/mL）；
- 5.5 铈标准储备液（1000 μg/mL）；
- 5.6 铈内标元素工作液（200ng/mL）；
- 5.7 仪器调谐液（1mg/mL）；
- 5.8 高纯氩气：氩气含量≥99.999%；

6 仪器设备

实验中涉及到的主要仪器和条件如下，未提到的参见附录 A。

- 6.1 电感耦合等离子体质谱仪；
- 6.2 分析天平：感量 0.1mg。

7 试样

试样保存在蜡封的硬质玻璃瓶中。

8 分析步骤

8.1 样品前处理

将样品稀释至含盐量在 0.1%以下，待测，同时制备空白溶液。

8.2 系列标准溶液

按表1规定分别吸取多元素标准工作溶液(5.2)置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，备用。

表1 系列标准溶液

标准溶液	1	2	3	4	5	6	7	8
工作曲线溶液浓度/（ug/L）	0.00	1.00	5.00	10.00	20.00	40.00	60.00	80.00

8.3 校准曲线绘制

测定前，根据待测元素性能和仪器性能，进行氩气流量、射频发生器功率等测量条件优化，测定完成后由计算机软件自动绘制被测元素的校准曲线并存储数据。

8.4 测定

与标准溶液相同的条件下以铈、铈为内标溶液校准系列（8.2）、空白溶液和试料溶液（8.1），测定离子谱峰强度，在工作曲线上查出被测元素的质量浓度 ρ（ng/mL）。

9 数据处理

根据测定样品离子峰强度，在工作曲线上查出被测元素的质量浓度，按公式（1）计算样品中被测元素的浓度。

$$\rho = (\rho_1 - \rho_0) \times N \tag{1}$$

式中：
 ρ —样品中被测元素的浓度， μ g/L；
 ρ_1 —标准曲线上查出的被测元素的浓度， μ g/L；
 ρ_0 —标准曲线上查出的被测元素的空白浓度， μ g/L；
 N —稀释倍数。
结果数值修约按照GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》进行。

10 质量控制

10.1 准确度

一批次试样数在10个以下时，取至少一个加标回收试样，10个以上试样时，加标回收试样数比例10%。
试样中待测组分的加标回收率控制在90%~110%，超出此范围判定为不合格。
加标回收率按公式（2）计算：

$$\text{回收率 (\%)} = \frac{\text{加标标试样测试值} - \text{试样测试值}}{\text{加标量}} \times 100\% \tag{2}$$

10.2 精密度

每一批试样随机抽取10%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样，取至少一个检查试样。重复分析相对偏差允许限依据公式（3）计算：

$$Y = 11.0CX^{-0.28} \tag{3}$$

式中：
 Y —重复分析相对偏差允许限， %；
 X —各组分析结果的浓度值， mg/L；
 C —重复分析相对偏差允许限系数， 参照DZ/T 0130取C=1.5。
重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断，小于等于重复分析相对偏差允许限时，为合格；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

10.3 空白试验

应随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取同一批试剂，加入同等的量。

11 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。

附 录 A
(资料性)
仪器测试条件

本实验采用电感耦合等离子体质谱仪进行测定分析，每款仪器具体条件会有不同，可根据具体情况调节，参考测试条件如下：

RF功率：1.5kw

氩气压力：0.6Mpa

等离子体流速：16L/min

辅助气体流量：1.8L/min

雾化器流量：1.0L/min

护套气流速：0.20L/min
