

团 体 标 准

水质 硫酸盐的测定 电感耦合等离子体发射光谱法 (征求意见稿)

Determination of sulfate in Water quality
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric

2025-xx-xx发布

2025-xx-xx实施

宁夏化学分析测试协会 发布

目 次

前 言.....	1
1 范围.....	2
2 规范性引用文件.....	2
3 方法原理.....	2
4 干扰和消除.....	2
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 分析步骤.....	3
8 结果计算与表示.....	4
9 精密度与准确度.....	4
10 质量保证和质量控制.....	5
11 试验报告.....	5
12 附件.....	6

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》的规定起草。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区基础地质调查院（宁夏回族自治区地质矿产中心实验室）、宁夏回族自治区生态环境监测中心、宁夏中科精科检测技术有限公司、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：王莎莎、赵银鑫、董爱俊、步娟、马彦斌、刘颖、万芳、王志亮、刘娜娜、马程、王鸿、张浩生、杨凡燕、王佳丽、王苑、马立荣、马瑞赞、张小飞。

本文件为首次发布。

水质 硫酸盐的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定水质中硫酸盐。

本文件适用于水质（包括地下水、地表水、工业废水、其他特殊水样）中硫酸盐的测定。

本文件测定的硫酸盐的方法检出限为0.031 mg/L，测定下限为 0.124mg/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 36244-2018 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

HJ 493-2009 水质 样品的保存和管理技术规定

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

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

3 方法原理

水质样品经过盐酸前处理消除硫化物干扰，经硝酸酸化后，经过雾化由载气（氩气）导入电感耦合等离子体光谱仪ICP炬焰中，经过蒸发、解离、原子化和离子化等过程，发出被测元素的特征谱线，其谱线的信号强度与待测物的质量浓度成正比，通过测量各元素的特征谱线的信号强度来计算样品溶液中的元素含量。

4 干扰和消除

取 25.00mL 水样，加入 0.5mL 盐酸在 70℃ 电热板上加热 10min，消除硫化物的干扰。

使用基体匹配的工作曲线做校准曲线以及选用干扰少的波长（推荐波长180.731）以校正基体干扰和光谱干扰。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时所用试剂均使用符合国家标准分析纯化学试剂。

5.1 硝酸: $\rho(\text{HNO}_3)=1.42 \text{ g/mL}$ 。

5.2 盐酸: $\rho(\text{HCl})=1.18 \text{ g/mL}$ 。

5.3 硫酸根标准工作液: $\rho(\text{SO}_4^{2-})=1000 \text{ mg/L}$ 。

5.4 硫酸根标准工作液: $\rho(\text{SO}_4^{2-})=5000 \text{ mg/L}$ 。

(购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质)。

5.5 去离子水: 符合GB/T 6682规定的一级水。

5.6 混纤-水系滤膜: $0.45\mu\text{m}$ 。

6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪, 配耐高盐雾化器, 参数见附件1。

6.2 氩气: 氩体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

6.3 恒温电热板: 室温 $\sim 200^\circ\text{C}$ 。

6.4 容量瓶: 25.00mL。

7 分析步骤

7.1 样品采集和保存

按照HJ 493-2009的相关要求进行水样样品的采集, 样品的采集应使用塑料或玻璃的装置和容器, 不得使用金属制品贮存器。

7.2 样品的前处理

对于无沉淀的天然水样经盐酸消除硫化物后进行电感耦合等离子体发射光谱法分析。

如水样浑浊及带有颜色, 取样品经 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜(5.6)过滤后后经盐酸消除硫化物后进行电感耦合等离子体发射光谱法分析。

7.3 试样的制备

准确吸取25.00mL样品(7.2)置于150 mL烧杯中, 加入0.5 mL盐酸(5.2)置于 70°C 电热板上以消除硫化物的干扰, 10min后, 取下烧杯, 冷却至室温。少量多次去离子水将烧杯中的样品转移至25.00mL容量瓶中, 加入0.5mL硝酸溶液(5.1)酸化, 并用去离子水(5.5)定容至刻度, 摇匀后待测。

7.4 空白试样的制备

不加样品，按照与试样制备（7.3）相同的步骤制备空白试样。

7.5 工作曲线的建立

分别移取硫酸根标准工作液 $[\rho(\text{SO}_4^{2-})=1000\text{ mg/L}]$ （5.3）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL和 $[\rho(\text{SO}_4^{2-})=5000\text{ mg/L}]$ （5.4）2.00 mL、4.00 mL、10.00 mL置于100 mL容量瓶中，加入2mL硝酸（5.1）酸化，并用去离子水定容至刻度，摇匀。参考浓度为：0 mg/L、5mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50mg/L、100mg/L、200mg/L、500mg/L。

在仪器最佳工作条件下，上机依次测定空白溶液、校准曲线溶液系列的光谱发射强度（按峰面积计算），以硫酸根的质量浓度为横坐标，光谱发射强度为纵坐标，绘制校准曲线。

7.6 试样测定

7.6.1 按照电感耦合等离子体发射光谱操作说明书规定条件启动仪器，仪器点燃后至少稳定30 min。

7.6.2 选择分析方法，元素和波长，编制样品分析表。

7.6.3 校准：以校准空白溶液为零点，以校准溶液（7.5）建立校准曲线。校准数据采集至少3次，取平均值。

7.7 空白试验

按照与试样测定（7.6）相同的分析条件进行空白试样（7.4）的测定。

8 结果计算与表示

8.1 样品的结果计算

按公式（1）计算液体样品中待测物的质量浓度：

$$\rho(\text{B})=\rho-\rho_0 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$\rho(\text{B})$ ——样品中待测物B的质量浓度，单位为微克每毫升（ug/mL）；

ρ ——测定溶液中待测物的质量浓度，单位为微克每毫升（ug/mL）；

ρ_0 ——空白溶液中待测物的质量浓度，单位为微克每毫升（ug/mL）。

8.2 结果表示

测定结果表示为0.XXX、X.XX、XX.X、XXX。

9 精密度与准确度

按照GB/T 6379.2，选择不同含量范围的标准物质4个，由3家实验室按照本方法进行方

法精密度和准确度试验。各实验室对每个水平样品测定 6 次，将原始数据进行统计分析，方法精密度见表 1。

表1 分析方法精密度和准确度统计表

标准物质编号	标准物质1	标准物质2	标准物质3	标准物质4
硫酸根标准值 (mg·L ⁻¹)	30.9±1.4	71.2±3.2	125±2	625±2
重复性限r (mg·L ⁻¹)	0.92	1.23	2.94	3.86
再现性限R (mg·L ⁻¹)	1.56	1.68	3.79	5.15
加标回收率 (%)	92%~106%	95%~104%	98%~108%	94%~105%

10 质量保证和质量控制

10.1 工作曲线

每批样品测定前均应绘制工作曲线，相关系数应大于 0.999。每测定 20 个样品后，需测定标准系列中间浓度的标准溶液，测定结果的相对偏差应小于10%，否则应重新绘制校准曲线。

10.2 空白试验

每20个样品或1个批次（少于20个样品/批）至少分析2个空白试样，空白试样的测定值应低于方法检出限。

10.3 准确度

每批次同类型分析样品要求按高低不同含量插入标准物质样品；RE≤10%，判定为合格。

10.4 平行样

每20个样品或批次（少于20个样品）至少分析2个平行样，平行样测定值的相对偏差（RPD）：浓度>10mg/L，RPD≤5%；浓度在1~10mg/L之间，RPD≤15%；浓度≤1mg/L，RPD≤20%。

11 试验报告

试验报告应包含以下内容：

送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。

12 附件 1

仪器参考工作条件

工作参数		设 工作参数	
定条件		设定条件	
波长	180.731nm	蠕动泵流速	50r/min
垂直观测高度	12mm	积分时间	15S
RF功率	1150W	冲洗时间	5S
辅助气流量	0.5L/min	稳定时间	5S
雾化器流量	0.7L/min	重复次数	2次