ICS 77.120.10
H 12

中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.25—2020
代替 GB/T 20975.25—2008

铝及铝合金化学分析方法 第25部分:元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—Part 25:Determination of elements content—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2020-06-02 发布　　2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　　言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为37个部分：

——第1部分：汞含量的测定；
——第2部分：砷含量的测定；
——第3部分：铜含量的测定；
——第4部分：铁含量的测定；
——第5部分：硅含量的测定；
——第6部分：镉含量的测定；
——第7部分：锰含量的测定；
——第8部分：锌含量的测定；
——第9部分：锂含量的测定　火焰原子吸收光谱法；
——第10部分：锡含量的测定；
——第11部分：铅含量的测定；
——第12部分：钛含量的测定；
——第13部分：钒含量的测定；
——第14部分：镍含量的测定；
——第15部分：硼含量的测定；
——第16部分：镁含量的测定；
——第17部分：锶含量的测定；
——第18部分：铬含量的测定；
——第19部分：锆含量的测定；
——第20部分：镓含量的测定　丁基罗丹明B分光光度法；
——第21部分：钙含量的测定；
——第22部分：铍含量的测定；
——第23部分：锑含量的测定；
——第24部分：稀土总含量的测定；
——第25部分：元素含量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法；
——第26部分：碳含量的测定　红外吸收法；
——第27部分：铈、镧、钪含量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法；
——第28部分：钴含量的测定　火焰原子吸收光谱法；
——第29部分：钼含量的测定　硫氰酸盐分光光度法；
——第30部分：氢含量的测定　加热提取热导法；
——第31部分：磷含量的测定　钼蓝分光光度法；
——第32部分：铋含量的测定；
——第33部分：钾含量的测定　火焰原子吸收光谱法；
——第34部分：钠含量的测定　火焰原子吸收光谱法；
——第35部分：钨含量的测定　硫氰酸盐分光光度法；
——第36部分：银含量的测定　火焰原子吸收光谱法；
——第37部分：铌含量的测定。

本部分为 GB/T 20975 的第 25 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.25—2008《铝及铝合金化学分析方法　第 25 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法》。与 GB/T 20975.25—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了标准使用安全警示；

——增加了 Ag、Ba、Co、W、Mo、Er、K、Na、Li、Nd、Y、Yb、Hf、P、Sc 等 15 个元素（见第 1 章）；

——修改了 Fe、Cu、Mn、Ti、V、Sn、Zn、Zr、Ca、Bi、Cr、Ni、Cd、Be、B、Si、Sr、Sb 等 18 个元素的测定范围（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）；

——增加了“规范性引用文件”（见第 2 章）；

——增加了“术语和定义”（见第 3 章）；

——增加了分析使用试剂和水的要求（见第 5 章）；

——删除了“质量保证与控制”（见 2008 年版的第 9 章）。

——增加了“试验报告”（见第 11 章）。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本部分起草单位：中铝郑州有色金属研究院有限公司、有色金属技术经济研究院、贵州省分析测试研究院、北京有色金属与稀土应用研究所、东北轻合金有限责任公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司、昆明冶金研究院、河南特润科技服务有限公司、有研亿金新材料有限公司、中铝洛阳铜加工有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、广西柳州银海铝业股份有限公司、山东兖矿轻合金有限公司、西南铝业（集团）有限责任公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司。

本部分主要起草人：薛宁、石磊、吴豫强、张莹莹、张树朝、席欢、李家华、韩鹏、周兵、崔浩、李伟、李延珍、王劲榕、刘朝方、李绍文、张惠琳、罗芬、韦艳琴、谭家英、包芳芳、刘美玲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 20975.25—2008。

铝及铝合金化学分析方法
第25部分:元素含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——使用本部分的人员应有正规的实验室工作的实践经验。本部分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法规规定的条件。

1 范围

GB/T 20975的本部分规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝及铝合金中硅、铁、铜、镓、镁、锰、铬、镍、锌、钛、银、硼、铋、锂、铅、锡、钒、锆、钡、铍、钙、镉、钴、饵、铪、铟、钾、钠、钼、钕、磷、锑、钪、锶、钨、钇、镱含量。

本部分适用于铝及铝合金中硅、铁、铜、镓、镁、锰、铬、镍、锌、钛、银、硼、铋、锂、铅、锡、钒、锆、钡、铍、钙、镉、钴、饵、铪、铟、钾、钠、钼、钕、磷、锑、钪、锶、钨、钇、镱含量的测定,测定范围见表1。

表 1

元素	质量分数 w_X/%	元素	质量分数 w_X/%
Si	0.010～13.50	Be	0.000 1～5.00
Fe	0.002 0～12.00	Ca	0.020～10.00
Cu	0.000 5～20.00	Cd	0.002 0～1.00
Ga	0.005 0～0.050	Co	0.005 0～12.00
Mg	0.001 0～10.00	Er	0.050～11.00
Mn	0.001 0～12.00	Hf	0.050～0.50
Cr	0.002 0～5.00	In	0.010～0.10
Ni	0.002 0～2.50	K	0.005 0～1.00
Zn	0.001 0～12.00	Na	0.005 0～0.50
Ti	0.001 0～15.00	Mo	0.005 0～2.00
Ag	0.005 0～2.00	Nd	20.00～35.00
B	0.001 0～12.00	P	0.005 0～0.050
Bi	0.010～11.00	Sb	0.010～6.50
Li	0.000 5～10.00	Sc	0.50～2.50
Pb	0.10～1.00	Sr	0.000 5～10.00
Sn	0.020～2.00	W	0.005 0～2.00
V	0.001 0～10.00	Y	0.050～11.00
Zr	0.002 0～16.00	Yb	10.00～15.00
Ba	0.005 0～0.10	—	—

库七七 www.kqqw.com 提供下载

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 8005.2 铝及铝合金术语 第2部分：化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法提要

根据合金的类型及元素的含量，采用以下方法溶解试样：

——盐酸和过氧化氢分解试样；

——盐酸和硝酸混合酸分解试样；

——氢氧化钠溶液和过氧化氢分解试样；

——盐酸和硝酸混合酸、氢氟酸分解试样。

试样分解后，以电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，以基体匹配法校正基体对测定的影响。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.1 纯铝(w_{Al}≥99.999%)。

5.2 过氧化氢(ρ=1.10 g/mL)。

5.3 盐酸(ρ=1.19 g/mL)，优级纯。

5.4 硝酸(ρ=1.42 g/mL)，优级纯。

5.5 氢氟酸(ρ=1.14 g/mL)，优级纯。

5.6 高氯酸(ρ=1.76 g/mL)，优级纯。

5.7 盐酸(1+1)。

5.8 硝酸(1+1)。

5.9 混合酸：3份盐酸(5.7)和1份硝酸(5.8)混合。

5.10 氢氧化钠溶液(400 g/L)。

5.11 铝基体溶液(20 mg/mL)：称取20.00 g纯铝(5.1)置于1 000 mL烧杯中，盖上表面皿，分次加入总量为600 mL盐酸(5.7)，待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解，然后加入数滴过氧化氢(5.2)，煮沸数分钟，冷却，将溶液移入1 000 mL的容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.12 各分析元素标准贮存溶液：优先使用有证国家标准溶液配制；或参见附录A。

5.13 标准溶液：

a) 多元素标准溶液的配制原则：互有化学干扰、产生沉淀及互有光谱干扰的元素应分组配制。

b) 将标准贮存溶液(5.12)稀释为100 μg/mL，并与标准贮存溶液保持一致的酸度(用时稀释)。

c) 将标准贮存溶液(5.12)稀释为10 μg/mL，并与标准贮存溶液保持一致的酸度(用时稀释)。

www.kqqw.com 提供下载

6 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。仪器应满足下列条件：

——分光室具有抽真空或驱气等功能以保证测试波长在 200 nm 以下元素测试信号稳定。

——仪器的分辨率小于 0.005 nm(200 nm 处)。

7 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

8 分析步骤

8.1 试料

根据采取的溶样方法，按表 2 或表 3 称取相应质量(m_0)试样(第 7 章)，精确至 0.000 1 g。

表 2

质量分数 w_x/%	试料质量 m_0/g	试液体积 V_1/mL	分取体积 V_2/mL	测试体积 V_3/mL
0.000 1～0.050	0.50	100	—	—
>0.050～1.00	0.25	250	—	—
>1.00～10.00	0.25	250	10.00	100
>10.00～20.00	0.25	250	5.00	100
>20.00～30.00	0.25	500	5.00	100

表 3

质量分数 w_x/%	试料质量 m_0/g	试液体积 V_1/mL	分取体积 V_2/mL	测试体积 V_3/mL
0.010～1.00	0.25	250	—	—
>1.00～10.00	0.25	250	10.00	100
>10.00～30.00	0.25	500	5.00	100

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

称取与试料相同量的纯铝(5.1)，随同试料做空白试验。

8.4 分析试液的制备

8.4.1 溶样方法Ⅰ

8.4.1.1 此溶样方法适用于铝及铝合金中铁、铜、镁、锰、镓、钛、钒、铟、锡、铬、锌、镍、镉、铍、锶、钙、钡、

钾、钠、钴、钨、钼、铒、锂、磷、钕、钇、镱、钪含量的测定。

8.4.1.2 将按表2称取的试料(8.1)置于250 mL烧杯中,加入25 mL盐酸(5.7),待剧烈反应停止后,低温加热使试料分解,加入适量的过氧化氢(5.2),至试料完全溶解,冷却至室温。移入表2相应体积的容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

8.4.1.3 当硅含量大于0.5%时,如有不溶残渣,将试液过滤于表2中相应体积的容量瓶中,洗涤残渣。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(勿使滤纸燃烧),然后在800 ℃灼烧5 min,冷却。加入5 mL氢氟酸(5.5),并逐滴加入硝酸(5.8)至溶液清亮,加入1 mL高氯酸(5.6),加热蒸发至干,冷却,用5 mL盐酸(5.7)溶解残渣,将此试液合并于原滤液中,稀释至刻度,混匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

8.4.2 溶样方法Ⅱ

8.4.2.1 此溶样方法适用于铝及铝合金中铁、铜、镁、锰、镓、钛、钒、铟、锡、铅、铋、锑、铬、锌、镍、镉、铍、硼、锶、钙、银、钡、钴、锂、钼、钕、钇、镱、钪含量的测定。

8.4.2.2 将按表2称取的试料(8.1)置于250 mL烧杯中,加入25 mL混合酸(5.9),待剧烈反应停止后,低温加热分解至试料完全溶解,冷却至室温。

8.4.2.3 当硅质量分数大于0.5%时,如有不溶残渣,将试液过滤于表2中相应体积的容量瓶中,洗涤残渣。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(勿使滤纸燃烧),然后在800 ℃灼烧5 min,冷却。加入5 mL氢氟酸(5.5),并逐滴加入硝酸(5.8)至溶液清亮,加入1 mL高氯酸(5.6),加热蒸发至干,冷却,用5 mL盐酸(5.7)溶解残渣,将此试液合并于原滤液中,稀释至刻度,混匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

8.4.3 溶样方法Ⅲ

8.4.3.1 此方溶样法适用于铝及铝合金中硅、铁、铜、镁、锰、钛、硼、钒、铬、锌、镍、锆、锶、锡、锑、铅、钙、钨、镱、铒、钕、钪元素的测定。

8.4.3.2 将按表3称取的试料(8.1)置于400 mL聚四氟乙烯烧杯中,加入少许水,加入6 mL氢氧化钠溶液(5.10),待剧烈反应停止后,低温加热分解,加入适量的过氧化氢(5.2),缓慢加热至试料完全溶解,将溶液蒸至浆状,稍冷,加入约30 mL水,缓慢加热直至完全溶解。

8.4.3.3 用水将溶液(8.4.3.1)稀释至约100 mL,边搅拌边加入25 mL硝酸(5.8)和25 mL盐酸(5.7),低温加热使其完全溶解(若有二氧化锰棕色沉淀时,加入无水亚硫酸钠溶液),冷却,将溶液移入250 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

8.4.4 溶样方法Ⅳ

8.4.4.1 此方溶样法适用于硅含量小于0.50%的铝及铝合金中锆、铪、铁、铜、镁、锰、钛、钒、铬、锌、镍、锶、锡、铅元素的测定。

8.4.4.2 将按表2称取的试料(8.1)置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中,加入25 mL混合酸(5.9),待剧烈反应停止后,加入适量的氢氟酸(5.5),低温加热至溶解完全,冷却至室温,移入表2相应体积的容量瓶中用水稀释至刻度,混匀。必要时根据工作曲线范围,稀释待测溶液。

8.4.4.3 若测定易水解的元素时,如Ti、Sn、Zr、Sb,试液应保持10%的酸度;若测定低含量易污染元素时,如Ca、Pb、B,应使用高纯酸和石英亚沸蒸馏水。

8.5 系列标准溶液的配制

8.5.1 采用溶样方法Ⅰ、Ⅱ、Ⅳ时,根据试液中铝含量,移取适量的铝基体溶液(5.11)于一组100 mL容量瓶中,使标准溶液中的铝量与测试试液中的铝量基本一致,加入适量的待测元素标准贮存溶液(5.12)或标准溶液(5.13),使标准曲线溶液的酸度与测试试液的酸度基本一致,用水稀释至刻度,混匀。以不

加标准溶液的试液作为空白溶液，待测元素含量应在所做工作曲线范围之内，系列标准曲线溶液的数量由精度要求决定，一般 3 个～5 个。

8.5.2 采用溶样方法Ⅲ时，根据样品中铝含量，称取适量纯铝(5.1)于一系列聚四氟乙烯烧杯中，盖上表面皿，以下操作按 8.4.3 步骤进行，在未稀释到刻度前加入适量的待测元素标准贮存溶液(5.12)或标准溶液(5.13)，使标准曲线溶液的酸度与测试试液的酸度基本一致，用水稀释至刻度，混匀。以不加标准溶液的试液作为空白溶液，待测元素含量应在所做工作曲线范围之内，系列标准曲线溶液的数量由精度要求决定，一般 3 个～5 个。

8.5.3 根据样品牌号也可选择相应的标准样品(国家一级标样)，按分析试液的制备方法(8.4)配制系列标准溶液，系列标准曲线溶液的数量由精度要求决定，一般 3 个～5 个。

8.6 测定

选择仪器合适的分析条件及各个元素的分析谱线(参见附录 B)，将系列标准曲线溶液(8.5)引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中，在各元素选定的波长处，测量系列标准溶液中各元素的强度。当工作曲线的线性相关系数≥0.999 5 时，即可进行分析溶液(8.4)的测定。

9 试验数据处理

各待测元素的含量以各待测元素质量分数 w_x 计，按式(1)计算。也可由计算机自动给出。

$$w_x = \frac{(\rho - \rho_0)V_1 V_3 \times 10^{-6}}{m_0 V_2} \times 100\% \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

ρ ——自工作曲线上查得被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白试验溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V_1 ——试液体积，单位为毫升(mL)；

V_3 ——测试体积，单位为毫升(mL)；

m_0 ——试料的质量，单位为克(g)；

V_2 ——分取体积，单位为毫升(mL)。

待测元素质量分数<0.001 0%时，计算结果保留一位有效数字；待测元素质量分数≥0.001 0%～1.00%时，计算结果保留两位有效数字；待测元素质量分数≥1.00%时，计算结果表示至小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 r，超过重复性限 r 的情况不超过 5%，重复性限 r 按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

w_x/%	0.000 5	0.001 0	0.005 0	0.010	0.050	0.10	0.50
r/%	0.000 1	0.000 3	0.000 6	0.002	0.004	0.01	0.03
w_x/%	1.00	5.00	10.00	15.00	20.00	25.00	—
r/%	0.05	0.20	0.30	0.55	0.75	1.25	—

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限 R，超过再现性限 R 的情况不超过 5%。再现性限 R 按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

w_x/%	0.000 5	0.001 0	0.005 0	0.010	0.050	0.10	0.50
R/%	0.000 2	0.000 4	0.000 7	0.003	0.006	0.02	0.04
w_x/%	1.00	5.00	10.00	15.00	20.00	25.00	—
R/%	0.08	0.30	0.45	0.65	1.00	1.50	—

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a） 本部分编号及名称；

b） 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；

c） 以适当的形式表达试验结果；

d） 试验过程中出现的异常现象；

e） 审核、批准等人员的签名。

库七七 www.kqqw.com 提供下载

附　录　A
（资料性附录）
标准贮存溶液的制备

A.1　硅标准贮备溶液(0.5 mg/mL)：

称取 1.069 7 g 预先在 1 000 ℃灼烧至恒重的二氧化硅(光谱纯)于铂坩埚中，盖上铂表面皿，加入 5 g 碳酸钠和碳酸钾的混合物(1+1)，熔融至透明，冷却。用温水溶解熔块，移入聚乙烯杯中，用水稀释至 700 mL，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 硅(贮存于聚乙烯瓶中)。

A.2　铁标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 铁(w_{Fe}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 40 mL 盐酸(5.7)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

A.3　铜标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 铜(w_{Cu}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 20 mL 硝酸(5.8)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

A.4　锰标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 锰(w_{Mn}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 40 mL 盐酸(5.7)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

A.5　镁标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 镁(w_{Mg}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 40 mL 盐酸(5.7)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

A.6　镍标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 镍(w_{Ni}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 40 mL 盐酸(5.7)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

A.7　锌标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 锌(w_{Zn}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 40 mL 盐酸(5.7)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

A.8　铍标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 铍(w_{Be}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 40 mL 盐酸(5.7)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铍。

A.9　铬标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取预先在 140 ℃烘干的 2.828 5 g 重铬酸钾(基准试剂)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 20 mL 水和 20 mL 盐酸(5.7)溶解。滴加 20 mL 过氧化氢(5.2)，放置 12 h～24 h 至溶液黄色完全消失，缓慢加热(不要煮沸)分解过量的过氧化氢，冷却，将溶液转移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。

A.10 钛标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 钛(w_{Ti}≥99.99%)于铂坩埚中，加入少许水后，慢慢滴加氢氟酸(5.5)使样品溶解，再滴加硝酸(5.8)将低价钛完全氧化，加入 10 mL 硫酸(1+1)，摇匀，加热蒸发至刚冒硫酸白烟，取下冷却后，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用硫酸(5+95)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钛。

A.11 镓标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 镓(w_{Ga}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 40 mL 盐酸(5.7)，滴加几滴硝酸(5.8)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镓。

A.12 钒标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.785 0 g 预先在 110 ℃烘干 1 h 并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒(优级纯)置于 300 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 40 mL 氢氧化钠溶液(5.10)，缓慢加热至完全溶解，冷却后加入 100 mL 硝酸(5.8)，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钒。

A.13 镉标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 镉(w_{Cd}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 10 mL 水，30 mL 硝酸(5.8)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

A.14 铅标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 铅(w_{Pb}≥99.99%)置于 300 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 10 mL 硝酸(5.8)，缓慢加热至完全溶解，煮沸数分钟，驱除氮氧化物，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铅。

A.15 锡标准贮备溶液(0.5 mg/mL)：

称取 0.500 0 g 锡(w_{Sn}≥99.99%)置于 300 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 50 mL 盐酸(5.7)，缓慢加热至完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，再加入 80 mL 盐酸(5.3)，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 锡。

A.16 硼标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 5.717 4 g 已于真空干燥器中干燥过的硼酸(优级纯)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 300 mL 水，微热使其完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硼。

A.17 锆标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.766 4 g 氧氯化锆($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$，优级纯)置于 400 mL 烧杯中，加入 100 mL 水及 170 mL 盐酸(5.7)溶解，将溶液移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锆。

A.18 铟标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 1.000 0 g 铟(w_{In}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 30 mL 盐酸(5.7)，置于水浴上加热使其完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铟。

A.19 锶标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 3.042 0 g 氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)置于 250 mL 烧杯中，加入水溶解后，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锶。

A.20 铋标准贮备溶液(1 mg/mL)

称取 1.000 0 g 铋(w_{Bi}≥99.99%)置于 400 mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸(5.8)盖上表面皿，缓慢加热使其完全溶解，冷却，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，再用 50 mL 硝酸(5.8)洗涤杯壁，洗液并入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

A.21 钙标准贮备溶液(1 mg/mL)：

称取 2.497 1 g 碳酸钙(基准试剂)置于 400 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,然后滴加盐酸(5.7)至完全溶解,并过量 20 mL,煮沸驱除二氧化碳,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

A.22 锑标准贮备溶液 (1 mg/mL):

称取 1.000 0 g 锑(w_{Sb}≥99.99%)置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 20 mL～30 mL 硫酸(1+4),缓慢加热至完全溶解,冷却,用硫酸(1+4)将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以硫酸(1+4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锑。

A.23 钠标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 2.542 1 g 预先在 400 ℃～450 ℃灼烧至恒量的氯化钠(优级纯)或 2.305 1 g 无水碳酸钠(优级纯),溶于少量水后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钠。

A.24 钾标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.906 8 g 预先在 400 ℃～450 ℃灼烧至恒量的氯化钾(优级纯)于 300 mL 锥形瓶中,溶于少量水后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钾。

A.25 锂标准储备溶液(1 mg/mL):

称取 5.322 8 g 碳酸锂(优级纯),加水约 150 mL,缓慢加入盐酸(1+9)至溶解完全,煮沸除去二氧化碳,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 锂。

A.26 银标准储备溶液(1 mg/mL):

称取 1.000 0 g 银(w_{Ag}≥99.99%)置于 300 mL 烧杯中,加入 25 mL 硝酸(5.8),加热溶解完全后,继续加热煮沸以除去氮的氧化物,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 银。

A.27 钡标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.778 5 g 氯化钡(光谱纯),溶于少量煮沸过的水中,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钡。

A.28 钴标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.000 0 g 钴(w_{Co}≥99.99%)于烧杯中,加入 50 mL 硝酸(5.8),在水浴上加热溶解,冷却后加入少量的水并煮沸,将烧杯内溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钴。

A.29 钨标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.261 1 g 预先在 110 ℃烘干 1 h,冷却后使用的三氧化钨(光谱纯)于烧杯中,用 20 mL～30 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)稍加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钨。

A.30 钼标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.500 3 g 三氧化钼(光谱纯),溶于少量氢氧化钠溶液(200 g/L)中,用水稀释至 50 mL 左右,以硫酸(1+1)酸化,再过量 5 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钼。

A.31 磷标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 4.263 6 g 干燥的磷酸氢二铵(优级纯)或 4.393 1 g 磷酸二氢钾(优级纯)溶解于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 磷。

A.32 铪标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.179 3 g 二氧化铪(光谱纯)于瓷坩埚中,加入 4 g 焦硫酸钾,于 700 ℃熔融透明约 10 min～15 min,冷却后用 100 mL 盐酸(1+9)浸出熔块,加热至完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸(1+9)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铪。

A.33 钇标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.269 9 g 干燥处理过的氧化钇(光谱纯)溶于 50 mL 盐酸(5.7)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钇。

A.34 钕标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.166 4 g 干燥处理过的氧化钕(光谱纯)溶于 50 mL 盐酸(5.7)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钕。

A.35 铒标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.143 5 g 干燥处理过的氧化铒(光谱纯)溶于 50 mL 盐酸(5.7)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铒。

A.36 镱标准贮备溶液(1 mg/mL):

称取 1.138 7 g 干燥处理过的氧化镱(光谱纯)溶于 50 mL 盐酸(5.7)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 镱。

A.37 钪标准贮存溶液(1 mg/mL):

称取 1.533 8 g 氧化钪(光谱纯)溶于 25 mL 盐酸(5.7)中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钪。

附　录　B
（资料性附录）
推荐的元素谱线

推荐的元素谱线见表 B.1。

表 B.1

元素	分析线/nm	元素	分析线/nm
Si	288.158,251.611	Be	234.861,313.042
Fe	259.940,239.562	Ca	317.933,393.366
Cu	324.754	Cd	228.802
Ga	294.364	Co	228.616
Mg	285.213,279.553	Er	323.058
Mn	259.373,257.610	Hf	399.980
Cr	267.716,283.563	In	325.609
Ni	231.604	K	766.491
Zn	213.856,206.200	Na	589.592
Ti	334.941,337.280	Mo	202.030
Ag	328.068	Nd	406.109,401.225
B	249.678,249.773	P	213.618
Bi	223.061	Sb	217.581
Li	670.784	Sc	361.384,363.075
Pb	220.353	Sr	407.771,346.446
Sn	189.989	W	239.709,224.875
V	292.402	Y	224.306,377.433
Zr	339.198,349.621	Yb	289.138
Ba	230.424,455.403		