



中华人民共和国国家标准

GB/T 24916—2010

表面处理溶液 金属元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Surface treatment solution—Determination of metal element contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2010-08-09 发布

2010-12-31 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 试剂和材料 1

5 准备工作 2

5.1 标准溶液的配制 2

5.2 标准加入法标准工作溶液系列的配制 3

6 分析条件 5

7 分析步骤 5

7.1 空白试验 5

7.2 分析试液的前处理和制备 5

7.3 测定 8

8 结果计算 8

8.1 计算 8

8.2 精密度 8

9 试验报告 8

10 注意事项..... 9

前 言

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：重庆长安汽车股份有限公司。

本标准主要起草人：黄显铭、张健杨、李启华、杨雪梅、樊朝英、朱军。

表面处理溶液 金属元素含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定表面处理溶液中金属元素含量的方法。
本标准适用于表面处理溶液中铝、钠、钙、镁、铁、铜、铬、铅、锌、锰、镍、锑等金属元素含量的测定。
测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素	测定范围/(g/L)	元素	测定范围/(g/L)	元素	测定范围/(g/L)
铝	0.000 020~5.00	钠	0.000 016~5.00	钙	0.000 010~5.00
镁	0.000 010~5.00	铁	0.000 010~20.00	铜	0.000 010~20.00
铬	0.000 020~5.00	铅	0.000 040~5.00	锌	0.000 010~5.00
锰	0.000 010~5.00	镍	0.000 020~5.00	锑	0.000 060~5.00

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

试料以硝酸和过氧化氢加热分解除去有机物，经高氯酸冒烟处理，用盐酸酸化后，样品溶液被蒸发和激发，发射出所含元素特征波长的光，经分光系统分光后，其谱线强度由光电元件接受并转变为电信号而被记录，根据元素浓度与谱线强度的关系，测定各元素的含量。测定中采用标准加入法。

4 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂。

- 4.1 氩气， $w(\text{Ar})\geq 99.99\%$ 。
- 4.2 水，符合 GB/T 6682 中二级水的规格。
- 4.3 铝， $w(\text{Al})\geq 99.95\%$ 。
- 4.4 工作基准试剂氯化钠，固体。
- 4.5 碳酸钙， $w(\text{CaCO}_3)\geq 99.95\%$ 。
- 4.6 镁， $w(\text{Mg})\geq 99.95\%$ 。
- 4.7 铁， $w(\text{Fe})\geq 99.95\%$ 。
- 4.8 铜， $w(\text{Cu})\geq 99.95\%$ 。
- 4.9 铬， $w(\text{Cr})\geq 99.95\%$ 。
- 4.10 铅， $w(\text{Pb})\geq 99.95\%$ 。
- 4.11 锌， $w(\text{Zn})\geq 99.95\%$ 。

- 4.12 锰, $w(\text{Mn}) \geq 99.95\%$ 。
- 4.13 镍, $w(\text{Ni}) \geq 99.95\%$ 。
- 4.14 铈, $w(\text{Sb}) \geq 99.95\%$ 。
- 4.15 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。
- 4.16 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL。
- 4.17 硫酸, ρ 约 1.84 g/mL。
- 4.18 高氯酸, ρ 约 1.67 g/mL。
- 4.19 30%过氧化氢, ρ 约 1.10 g/mL。
- 4.20 过氧化氢溶液(1+2)。
- 4.21 盐酸溶液(1+1)。
- 4.22 盐酸溶液(1+3)。
- 4.23 盐酸溶液(1+5)。
- 4.24 盐酸溶液(1+99)。
- 4.25 硝酸溶液(1+1)。
- 4.26 硝酸溶液(5+95)。
- 4.27 硝酸溶液(1+99)。
- 4.28 硫酸溶液(2+98)。
- 4.29 氯化锂溶液(5 g/L)。

5 准备工作

5.1 标准溶液的配制

5.1.1 铝标准溶液

称取 1.000 0 g 铝(4.3), 加热溶解于 100 mL 盐酸溶液(4.21)中, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铝。

5.1.2 钠标准溶液

称取 2.542 1 g 于 500 °C~600 °C 灼烧至恒定质量的工作基准试剂氯化钠(4.4), 溶于水中, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钠。

5.1.3 钙标准溶液

称取 2.497 0 g 于 105 °C~110 °C 干燥至恒定质量的碳酸钙(4.5), 加入约 50 mL 水, 再滴加盐酸(4.15)至碳酸钙全部溶解, 再过量 10 mL 盐酸(4.15), 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 贮存于聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含有 1 mg 钙。

5.1.4 镁标准溶液

称取 1.000 0 g 镁(4.6)加热溶解于 60 mL 盐酸溶液(4.23)中, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 镁。

5.1.5 铁标准溶液

称取 1.000 0 g 铁(4.7)加热溶解于 50 mL 硝酸溶液(4.25)中, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铁。

5.1.6 铜标准溶液

称取 1.000 0 g 铜(4.8)加热溶解于 30 mL 硝酸溶液(4.25)中, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液(4.27)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铜。

5.1.7 铬标准溶液

称取 1.000 0 g 铬(4.9)加热溶解于 30 mL 盐酸溶液(4.21)中, 冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铬。

5.1.8 铅标准溶液

称取 1.000 0 g 铅(4.10)加热溶解于 30 mL 硝酸溶液(4.25)中,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铅。

5.1.9 锌标准溶液

称取 1.000 0 g 锌(4.11)加热溶解于 30 mL 盐酸溶液(4.21)或 30 mL 硝酸溶液(4.25)中,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 锌。

5.1.10 锰标准溶液

称取 1.000 0 g 锰(4.12)加热溶解于 30 mL 盐酸溶液(4.21)或 30 mL 硝酸溶液(4.25)中,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 锰。

5.1.11 镍标准溶液

称取 1.000 0 g 镍(4.13)加热溶解于 30 mL 硝酸溶液(4.25)中,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.24)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 镍。

5.1.12 铈标准溶液

称取 1.000 0 g 铈(4.14)加热溶解于 10 mL 盐酸(4.15)和 5.0 mL 过氧化氢溶液(4.20)中,煮沸除去过氧化氢,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.22)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 1 mg 铈。

5.2 标准加入法标准工作溶液系列的配制

5.2.1 各种表面处理溶液的测定元素

本标准中各种表面处理溶液的测定元素见表 2。

5.2.2 混合标准工作溶液梯度系列的稀释溶液配制

按表 3 分别移取铝、钠、钙等标准溶液于三只容量瓶中,形成混合标准工作溶液的梯度系列,加入 3.00 mL 盐酸(4.15)、1.00 mL 硝酸(4.16),用水稀释至刻度,摇匀,储于塑料瓶中。

表 2 各种表面处理溶液的测定元素

表面处理溶液名称	铝	钠	钙	镁	铁	铜	铬	铅	锌	锰	镍	铈
镀铬溶液	★	★	★	—	★	★	—	★	★	★	★	—
镀镍溶液	★	★	★	★	★	★	★	★	★	★	—	—
超滤液	★	★	★	★	★	★	★	★	★	★	★	—
磷化溶液	★	★	★	★	★	★	★	★	—	★	★	—
氟硼酸盐镀铅溶液	★	—	★	★	★	★	★	—	★	★	★	—
钾盐镀锌溶液	★	—	★	★	★	★	★	★	—	★	★	—
氰化镀铜溶液	★	—	★	★	★	—	★	★	★	★	★	—
氰化镀镉溶液	★	—	★	★	★	★	★	★	★	★	★	—
碱性镀锡溶液	★	—	★	★	★	★	★	★	★	★	★	—
酸性镀锡溶液	★	—	★	★	★	★	★	★	★	★	★	—
酸性镀铜溶液	★	★	★	★	★	—	★	★	★	★	★	★
注:★为测定元素。												

表 3 各种表面处理溶液混合标准工作溶液梯度系列

单位为毫升

表面处理 溶液名称	吸取标准溶液体积												稀释 溶液
	铝	钠	钙	镁	铁	铜	铬	铅	锌	锰	镍	铈	
镀铬溶液梯度系列	1	2	1	—	4	2	—	1	3	1	2	—	100
	2	4	2	—	8	4	—	2	6	2	4	—	100
	3	6	3	—	12	6	—	3	9	3	6	—	100
镀锌溶液梯度系列	1	2	1	2	4	2	1	1	3	1	—	—	100
	2	4	2	4	8	4	2	2	6	2	—	—	100
	3	6	3	6	12	6	3	3	9	3	—	—	100
超滤液梯度系列	1	2	1	2	4	2	1	1	3	1	2	—	100
	2	4	2	4	8	4	2	2	6	2	4	—	100
	3	6	3	6	12	6	3	3	9	3	6	—	100
磷化溶液梯度系列	1	2	1	2	4	2	1	1	—	1	2	—	100
	2	4	2	4	8	4	2	2	—	2	4	—	100
	3	6	3	6	12	6	3	3	—	3	6	—	100
氟硼酸盐镀锌溶液梯度系列	1	—	1	2	4	2	1	—	3	1	2	—	100
	2	—	2	4	8	4	2	—	6	2	4	—	100
	3	—	3	6	12	6	3	—	9	3	6	—	100
钾盐镀锌溶液梯度系列	1	—	1	2	4	2	1	1	—	1	2	—	100
	2	—	2	4	8	4	2	2	—	2	4	—	100
	3	—	3	6	12	6	3	3	—	3	6	—	100
氰化镀铜溶液梯度系列	1	—	1	2	4	—	1	1	3	1	2	—	100
	2	—	2	4	8	—	2	2	6	2	4	—	100
	3	—	3	6	12	—	3	3	9	3	6	—	100
氰化镀锡溶液梯度系列	1	—	1	2	4	2	1	1	3	1	2	—	100
	2	—	2	4	8	4	2	2	6	2	4	—	100
	3	—	3	6	12	6	3	3	9	3	6	—	100
碱性镀锡溶液系列	1	—	1	2	4	2	1	1	3	1	2	—	100
	2	—	2	4	8	4	2	2	6	2	4	—	100
	3	—	3	6	12	6	3	3	9	3	6	—	100
酸性镀锡溶液梯度系列	1	—	1	2	4	2	1	1	3	1	2	—	100
	2	—	2	4	8	4	2	2	6	2	4	—	100
	3	—	3	6	12	6	3	3	9	3	6	—	100
酸性镀铜溶液梯度系列	1	2	1	2	4	—	1	1	3	1	2	3	100
	2	4	2	4	8	—	2	2	6	2	4	6	100
	3	6	3	6	12	—	3	3	9	3	6	9	100

表 4 测定元素的分析谱线

元素	波长/nm	元素	波长/nm	元素	波长/nm
铝	396.152	钠	589.592	钙	317.933(镀锌、镍、铅除外), 336.229,422.673
镁	293.847,285.213,279.553	铁	259.940,239.562,259.837	铜	324.754
铬	267.716,284.325	铅	220.353	锌	206.200
锰	293.306,403.076	镍	221.647,231.604,341.476	铈	206.830

表 5 标准加入元素浓度系列 单位为微克每毫升

序号	铝	钠	钙	镁	铁	铜	铬	铅	锌	锰	镍	铈
0	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
1	0.10	0.20	0.10	0.20	0.40	0.20	0.10	0.10	0.30	0.10	0.20	0.30
2	0.20	0.40	0.20	0.40	0.80	0.40	0.20	0.20	0.60	0.20	0.40	0.60
3	0.30	0.60	0.30	0.60	1.20	0.60	0.30	0.30	0.90	0.30	0.60	0.90

6 分析条件

6.1 仪器:电感耦合等离子体原子发射光谱分析仪。

6.2 光源:氩等离子体光源。

6.3 仪器的工作条件如下:

- a) 分析谱线:测定元素的分析谱线见表 4;
- b) 射频功率:950 W~1 200 W;
- c) 雾化压力:0.21 MPa~0.24 MPa;
- d) 辅助气流量:1.0 L/min;
- e) 样品提升量:1.4 L/min~1.6 L/min;
- f) 积分时间:UV:5 s~8 s;VIS:5 s~10 s。

注:UV——紫外光区波段;VIS——可见光区波段。

7 分析步骤

7.1 空白试验

随同试料溶液做空白试验。

7.2 分析试液的前处理和制备

7.2.1 镀铬分析试液的前处理和制备

7.2.1.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 2 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.1.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,其中一只不加被测元素标准溶液,在另 3 只容量瓶中依次按表 3 加入 1.00 mL 待测元素混合标准工作溶液梯度系列的稀释溶液,然后,于 4 只 100 mL 容量瓶中分别加入 3.00 mL 盐酸(4.15),1.00 mL 硝酸溶液(4.16),用水稀释至刻度,摇匀。

7.2.2 镀镍分析试液的前处理和制备

7.2.2.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,15 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为前处理试液。

7.2.2.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.3 超滤液分析试液的前处理和制备

7.2.3.1 前处理

吸取 10.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 10 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为前处理试液。

7.2.3.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.4 磷化溶液分析试液的前处理和制备

7.2.4.1 前处理

吸取 10.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 10 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为前处理试液。

7.2.4.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.5 氟硼酸盐镀铅分析试液的前处理和制备

7.2.5.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min。稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.5.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中。分别加入 2.00 mL 氯化锂溶液(4.29),以下处理同 7.2.1.2。

7.2.6 钾盐镀锌分析试液的前处理和制备

7.2.6.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,15 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 2 min。稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min。取下稍冷,加 50 mL 水,过滤于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.6.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 氯化锂溶液(4.29),以下处理同 7.2.1.2。

7.2.7 氰化镀铜分析试液的前处理和制备

7.2.7.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 10 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min。稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,取下冷却,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.7.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.8 氰化镀镉分析试液的前处理和制备

7.2.8.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 10 mL 水,在通风橱中,加 2 mL 盐酸(4.15),摇匀。加 20 mL 硝酸(4.16),加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 2 min。稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,取下冷却,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.8.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,分别加入 2.00 mL 氯化锂溶液(4.29),以下处理同 7.2.1.2。

7.2.9 碱性镀锡分析试液的前处理和制备

7.2.9.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 10 mL 水,2 mL 盐酸(4.15),摇匀。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 2 min。稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.9.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.10 酸性镀锡分析试液的前处理和制备

7.2.10.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 20 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.10.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.2.11 酸性镀铜分析试液的前处理和制备

7.2.11.1 前处理

吸取 5.00 mL 试料(V_1)于 150 mL 三角瓶中,加 5 mL 水,20 mL 硝酸(4.16)。在通风橱中,加热煮沸,稍冷,分次加入总量为 3 mL 的 30%过氧化氢(4.19),煮沸 3 min,稍冷,加 5 mL 硝酸(4.16),5 mL 高氯酸(4.18),加热蒸发至冒高氯酸烟,直至干涸,取下稍冷,加 40 mL 盐酸溶液(4.21)溶解盐类,煮沸 2 min,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液为前处理试液。

7.2.11.2 分析试液的制备

分别吸取 10.00 mL 前处理试液(V_2)4 份,置于 4 只 100 mL 容量瓶中,以下处理同 7.2.1.2。

7.3 测定

7.3.1 谱线校准

校准待测元素的分析谱线。

7.3.2 测定

7.3.2.1 仪器通电预热,光室温度稳定后,先通氩气 30 min 后点火,燃烧 15 min~30 min 后进行检测。

7.3.2.2 打开计算机的仪器分析控制界面,新建标准加入法,选择表 4 中相应的分析谱线,输入推荐的仪器工作条件中的各项参数值(见 6.3),再依次输入表 5 标准加入元素浓度系列中各被测元素的数值。

7.3.2.3 进行等离子体光谱测定,每个试料至少连续测定 3 次。

7.3.2.4 在测定过程中,应对被测元素每条分析谱线的波峰位置、背景干扰作必要的修正。

7.3.2.5 待测溶液中各元素的再次测定

根据测定出的元素含量值和标准加入法原理,对表 3 和表 5 中相应的数值进行调整,重新进行分析试液的制备(7.2)。将调整后的表 5 中各被测元素的数值重新依次输入计算机,然后进行再次测定。

8 结果计算

8.1 计算

按下式计算试料中被测元素的含量:

$$\rho_{\text{B}} = \frac{(\rho_{\text{BS}} - \rho_{\text{BS0}}) \times 100 \times 10^{-1}}{V_1 \times \frac{V_2}{250}} = \frac{25 \times (\rho_{\text{BS}} - \rho_{\text{BS0}})}{V_1 \times V_2}$$

式中:

ρ_{B} ——试料原液中被测元素的含量,单位为克每升(g/L);

ρ_{BS} ——分析试液中被测元素的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_{BS0} ——空白溶液中被测元素的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试料原液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

8.2 精密度

元素含量小于 0.000 1 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过算术平均值的 40%。

元素含量在 0.000 1 g/L~0.01 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过算术平均值的 20%。

元素含量在 0.01 g/L~1.00 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过超过算术平均值的 15%。

元素含量在 1.00 g/L~5.00 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过超过算术平均值的 10%。

元素含量大于 5.00 g/L 时,在重复条件下获得的两次独立测定结果之差的绝对值应不超过算术平均值的 20%。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料;
- 参考本标准所用的方法;
- 试验结果及表示;

- d) 试验中观察到的异常现象;
- e) 任何本标准未规定的操作,或任何影响结果的操作。

10 注意事项

- 10.1 应按高压钢瓶安全操作规程使用高压钢瓶。
 - 10.2 点燃等离子体后,应尽量少开炬室门。
 - 10.3 仪器室清洁、排风良好,应具有恒温、恒湿、防尘和防震设施。
 - 10.4 试料及分析试液的处理应符合实验室环境及公共安全要求。
 - 10.5 注意安全用电。
-