



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.30—2010

硅酸盐岩石化学分析方法 第 30 部分:44 个元素量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 30: Determination of 44 elements

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钨量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 30 部分。

本部分的附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：李冰、杨红霞、刘崴。

表 1 多元素混合标准储备溶液

混合标准储备溶液编号	元 素	元素浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	溶液介质
混标 1	La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Sc, Y	20	3 mol/L 硝酸
混标 2	Li, Be, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Rb, Sr, Mo, Cd, In, Cs, Ba, Tl, Pb, Bi, Th, U	20	3 mol/L 硝酸
混标 3	Nb, Zr, Hf, Ti, W, Ta	20	6 mol/L 硝酸, 50 g/L 酒石酸, 几滴氢氟酸
混标 4	As, V	20	3 mol/L 硝酸

4.7 校准标准溶液

用多元素混合标准储备溶液(4.6)分别稀释制备校准标准溶液:取 100 μL 多元素混合标准储备溶液(4.6)至 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.2),用水(4.1)稀释至刻度,摇匀,校准标准溶液 3 现用现配且补加 0.1 mL 氢氟酸(4.4)。

4.8 内标元素混合溶液

直接分取铍和铷单元素标准储备溶液(4.5)配置内标元素混合溶液,铍和铷含量各为 10 ng/mL 。

4.9 空白溶液

- a) 校准空白溶液:硝酸溶液(5+95);
- b) 清洗空白溶液:硝酸溶液(2+98)。

4.10 单元素干扰溶液

分别配制钡、铈、锆、钨、铈、锡(浓度各为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$);钛(浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$);铁、钙(浓度各为 250 $\mu\text{g}/\text{mL}$)单元素溶液,用以求干扰系数 k 。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪

- a) 仪器能对 5 u~250 u 质量范围内进行扫描,最小分辨率为在 5%峰高处 1 u 峰宽,以四极杆电感耦合等离子体质谱仪为例的工作参数见附录 C;
- b) 氦气:高纯级(氦质量分数 $\geq 99.99\%$)。

5.2 密封溶样器:不锈钢外套,聚四氟乙烯内罐,容积为 10 mL。

5.3 干燥箱:最高温度 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 温控式电热板:最高温度为 250 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 分析天平:二级,感量 0.01 mg。

5.6 排气式移液器:规格分别为 10 μL ~100 μL 、100 μL ~1 000 μL 、1 mL ~5 mL。

5.7 一次性塑料瓶:容积 25 mL 或 50 mL。

6 试样

6.1 试样粒径应小于 74 μm 。

6.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时,按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

7 分析步骤

7.1 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂取自同一瓶,加入同等的量。

7.2 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.3 试料分解

7.3.1 准确称取 25 mg 或 50 mg(精确至 0.01mg)试料于封闭溶样器的内罐中。

7.3.2 加入 1 mL 氢氟酸(4.4),0.5 mL 硝酸(4.2),密封。将溶样器放入烘箱中,加热 24 h,温度控制在 $185\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右。

7.3.3 冷却后取出内罐,置于电热板上加热蒸至近干,再加入 0.5 mL 硝酸(4.2)蒸发近干,重复操作此步骤一次。

7.3.4 加入 5 mL 硝酸(4.3),再次密封,放入烘箱中,130 $^{\circ}\text{C}$ 加热 3 h。

7.3.5 冷却后取出内罐,将溶液定量转移至塑料瓶(5.7)中。用水(4.1)稀释,定容至 25 mL(或 50 mL),摇匀。此溶液直接用于 ICP-MS 测定。

7.4 测定

7.4.1 按照仪器操作说明书规定条件启动仪器。选择分析同位素和内标元素,见附录 A,编制样品分析表。

7.4.2 调谐:仪器点然后至少稳定 30 min,期间用含 1 ng/mL 铍、钴、铟、铈、铀的调谐溶液进行仪器参数最佳化调试。在测定过程中通过三通在线引入内标元素混合溶液(4.8)。

7.4.3 校准:以校准空白溶液[4.9a)]为零点,一个或多个浓度水平的校准标准溶液(4.7)建立校准曲线。校准数据采集至少 3 次,取平均值。

7.4.4 每批样品测定时,同时测定实验室试剂空白溶液(7.1)。

7.4.5 每批样品测定时,同时分析单元素干扰溶液(4.10),以获得干扰系数 k 并进行干扰校正。

7.4.6 样品测定中间用清洗空白溶液[4.9b)]清洗系统。

8 结果计算

8.1 分析结果的计算

按式(1)计算固体样品中待测物的量:

$$w(\text{B}) = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w(\text{B})$ ——样品中待测物 B 的量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

ρ ——测定溶液中待测物浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——实验室试剂空白溶液中待测物浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——测定溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——被称取样品的质量,单位为克(g)。

8.2 干扰校正

干扰系数 k 由式(2)计算:

$$k = \rho_{\text{eq}} / \rho_{\text{in}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

ρ_{eq} ——干扰物标准溶液测得的相当分析物的等效浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_{in} ——干扰元素标准溶液的已知浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

被分析物的真实浓度 ρ_{tr} 由式(3)求出:

$$\rho_{tr} = \rho_{gr} - k\rho_{in} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

ρ_{tr} ——扣除干扰后的真实浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_{gr} ——被分析物存在干扰时测得的总浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

k ——干扰系数;

ρ_{in} ——被测样品溶液中干扰物的实测浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

9 精密度

选择7个不同类型、不同含量范围的地球化学样品,在5个地质实验室进行了方法精密度实验。表2是5家实验室对7个含量水平样品测定3次结果统计得到的重复性和再现性数据。

表2 精密度表

单位为微克每克

元素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Li	7.8~103	$r=0.128 1m^{0.763}$	$R=0.979 3m^{0.333 8}$
Be	0.27~11.7	$r=0.103 3m^{0.853 8}$	$R=0.203 7m^{0.634 1}$
Sc	1.8~14.1	$r=0.814 7m^{-0.077 5}$	$R=2.703 3m^{-0.391 1}$
Ti	576~11 978	$r=0.074 5m^{0.997 6}$	$R=0.009 8m^{1.301 4}$
V	11.5~152	$r=0.270 6m^{0.651 8}$	$R=0.335 0m^{0.923 8}$
Mn	109~1 169	$r=0.362 2m^{0.724 1}$	$R=0.352 7m^{0.848}$
Co	2.4~40	$r=0.205 3m^{0.706 2}$	$R=0.270 3+0.129 4m$
Ni	4.9~115	$r=1.735 1+0.035 3m$	$R=1.375 2+0.096m$
Cu	6.4~138	$r=0.762 4m^{0.442 4}$	$R=0.716 3m^{0.669}$
Zn	16~134	$r=0.364 6m^{0.671 8}$	$R=0.856 2m^{0.602 6}$
Ga	2.1~23.5	$r=0.054m^{0.925 1}$	$R=0.048 6m^{1.272 3}$
As	0.98~76	$r=0.436 6+0.041 6m$	$R=0.396 1m^{0.771 8}$
Rb	9.6~359	$r=0.104 8m^{0.885 2}$	$R=0.063 6m^{1.197 6}$
Sr	48~1 038	$r=0.025 4m^{1.195 1}$	$R=0.073 9m^{1.184 1}$
Y	3.3~48.8	$r=0.135 3m^{0.790 5}$	$R=0.116 6m^{1.059}$
Zr	21~369	$r=0.057 8m^{1.078 4}$	$R=0.060 4m^{1.144 2}$
Nb	1.9~66.3	$r=0.083 3m^{1.024 3}$	$R=0.254 2m^{0.993 4}$
Mo	0.22~6.2	$r=0.236 4m^{0.544 4}$	$R=0.254 8m^{0.652 6}$
Cd	0.027~0.15	$r=0.034 6m^{-0.083 2}$	$R=0.081 8m^{0.173 9}$
In	0.024~0.30	$r=0.007 3+0.021 7m$	$R=0.032 3m^{0.210 7}$
Cs	0.72~29.4	$r=0.076 4m^{0.898 9}$	$R=0.143 2+0.194 3m$
Ba	31~846	$r=0.171 7m^{0.821 1}$	$R=0.588 2m^{0.795 7}$
La	4.8~68	$r=0.030 2m^{1.242 1}$	$R=0.082 4m^{1.059 9}$
Ce	8.7~142	$r=0.079 2m^{0.986 8}$	$R=0.167 5m^{0.883 7}$
Pr	1.2~13.8	$r=0.083 2m^{1.001 9}$	$R=0.184 8m^{0.777 4}$

表 2 (续)

单位为微克每克

元素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
Nd	3.9~47	$r=0.049 1m^{1.095 8}$	$R=0.094 2m^{1.036 2}$
Sm	0.8~8.8	$r=0.075 9m^{0.993 3}$	$R=0.099 2m^{0.995 1}$
Eu	0.17~2.8	$r=0.092 7m^{0.553 8}$	$R=0.023 6+0.086 1m$
Gd	0.67~7.7	$r=0.090 9m^{0.987 2}$	$R=0.299 8m^{0.825 2}$
Tb	0.11~1.3	$r=0.07m^{0.625 1}$	$R=0.174 1m^{0.814 2}$
Dy	0.54~8.1	$r=0.076 2m^{0.972 9}$	$R=0.167 7m^{0.852 7}$
Ho	0.10~1.8	$r=0.063 1m^{0.781 2}$	$R=0.142 8m^{1.035 2}$
Er	0.34~5.8	$r=0.082 4m^{0.825 1}$	$R=0.098 2m^{1.042 1}$
Tm	0.053~1.1	$r=0.072 4m^{0.732}$	$R=0.264 1m^{1.202 3}$
Yb	0.3~7.7	$r=0.103 6m^{0.864 3}$	$R=0.189 2m^{1.049 7}$
Lu	0.046~1.1	$r=0.085 4m^{0.803 3}$	$R=0.209 7m^{1.036 9}$
Hf	0.54~14.8	$r=0.115 8m^{0.896 8}$	$R=0.230 3m^{0.885 2}$
Ta	0.124~10.37	$r=0.307 0m^{0.506 8}$	$R=0.242+0.25m$
W	0.24~30.6	$r=0.272 9m^{0.894 4}$	$R=0.394 5m^{0.873 7}$
Tl	0.09~1.5	$r=0.018 5+0.038 2m$	$R=0.024+0.085m$
Pb	7.6~122	$r=1.084 7+0.043 2m$	$R=1.018 1m^{0.480 7}$
Bi	0.055~16.4	$r=0.139 3m^{0.633 6}$	$R=0.260 6m^{0.593 5}$
Th	1.5~48.5	$r=0.083 6m^{1.089 3}$	$R=0.266 8m^{0.937}$
U	0.67~14.3	$r=0.089m^{1.055 1}$	$R=0.189 1m^{1.064 1}$

注：表中 m 为 n 次测量含量平均值。

附录 A

(规范性附录)

分析同位素、方法检出限和测定范围

本部分测定元素的分析同位素、内标、方法检出限、测定范围及选用的干扰校正公式见表 A.1。

表 A.1 分析同位素和方法检出限

分析同位素	内标	方法检出限 ^a / (μg/g)	测定范围/ (μg/g)	干扰校正公式	干扰注释 ^b	监测同位素
⁷ Li	¹⁰³ Rh	1.0	1.0~500			
⁹ Be	¹⁰³ Rh	0.05	0.05~50			
⁴⁵ Sc	¹⁰³ Rh	0.1	0.1~500		⁴⁴ Ca ¹ H	⁴⁴ Ca
⁴⁷ Ti	¹⁰³ Rh	3.0	30~20 000			
⁵¹ V	¹⁰³ Rh	2.0	2.0~500	$-3.127 \times [^{53}\text{Cr} - 0.113 \times ^{52}\text{Cr}]$		⁵² Cr, ⁵³ Cr
⁵⁵ Mn	¹⁰³ Rh	0.5	0.5~5 000			
⁵⁹ Co	¹⁰³ Rh	0.2	0.2~500			
⁶⁰ Ni	¹⁰³ Rh	1.0	1.0~500		⁴⁴ Ca ¹⁶ O	⁴⁴ Ca
⁶⁵ Cu	¹⁰³ Rh	0.2	0.2~500		⁴⁹ Ti ¹⁶ O	⁴⁹ Ti
⁶⁶ Zn	¹⁰³ Rh	2.0	2.0~500		⁵⁰ Ti ¹⁶ O	⁵⁰ Ti
⁷¹ Ga	¹⁰³ Rh	0.2	0.2~100		⁵⁵ Mn ¹⁶ O	⁵⁵ Mn
⁷⁵ As	¹⁰³ Rh	1.0	1.0~500	$-3.1322 \times ^{40}\text{Ar}^{37}\text{Cl}$		³⁷ Cl
⁸⁵ Rb	¹⁰³ Rh	1.0	1.0~1 000			
⁸⁸ Sr	¹⁰³ Rh	0.2	0.2~2 000			
⁸⁹ Y	¹⁰³ Rh	0.01	0.01~100			
⁹⁰ Zr	¹⁰³ Rh	0.05	0.05~2 000			
⁹³ Nb	¹⁰³ Rh	0.01	0.01~200			
⁹⁸ Mo	¹⁰³ Rh	0.2	0.2~100	$-0.146 \times ^{99}\text{Ru}$	⁹⁸ Ru, ⁵⁸ Fe ⁴⁰ Ar,	⁹⁸ Ru, ⁵⁸ Fe
¹¹⁴ Cd	¹⁰³ Rh	0.02	0.02~20	$-0.0846 \times ^{117}\text{Sn}$	¹¹⁴ Sn, ⁹⁸ Mo ¹⁶ O	¹¹⁴ Sn, ⁹⁸ Mo
¹¹⁵ In	¹⁰³ Rh	0.005	0.005~10	$-0.046 \times ^{117}\text{Sn}$	¹¹⁵ Sn	¹¹⁵ Sn
¹³³ Cs	¹⁰³ Rh	0.02	0.02~100			
¹³⁵ Ba	¹⁰³ Rh	0.5	0.5~2 000		¹¹⁹ Sn ¹⁶ O	¹¹⁹ Sn
¹³⁹ La	¹⁸⁵ Re	0.01	0.01~500			
¹⁴⁰ Ce	¹⁸⁵ Re	0.01	0.01~500			
¹⁴¹ Pr	¹⁸⁵ Re	0.01	0.01~100			
¹⁴⁶ Nd	¹⁸⁵ Re	0.01	0.01~100			
¹⁴⁷ Sm	¹⁸⁵ Re	0.01	0.01~50			

表 A.1 (续)

分析同位素	内标	方法检出限 ^a / ($\mu\text{g/g}$)	测定范围/ ($\mu\text{g/g}$)	干扰校正公式	干扰注释 ^b	监测同位素
¹⁵³ Eu	¹⁸⁵ Re	0.003	0.003~50		¹³⁷ BaO	¹³⁷ Ba
¹⁵⁷ Gd	¹⁸⁵ Re	0.01	0.01~50		¹⁴⁰ Ce ¹⁷ OH ¹⁴¹ Pr ¹⁶ O	¹⁴⁰ Ce, ¹⁴¹ Pr
¹⁵⁹ Tb	¹⁸⁵ Re	0.003	0.003~50	$-1.47 \times [^{161}\text{Dy} - 0.76 \times ^{163}\text{Dy}]$	¹⁴² Nd ¹⁶ O	¹⁶¹ Dy, ¹⁶³ Dy
¹⁶³ Dy	¹⁸⁵ Re	0.003	0.003~50			
¹⁶⁵ Ho	¹⁸⁵ Re	0.003	0.003~50			
¹⁶⁶ Er	¹⁸⁵ Re	0.003	0.003~50			
¹⁶⁹ Tm	¹⁸⁵ Re	0.003	0.003~50			
¹⁷² Yb	¹⁸⁵ Re	0.01	0.01~50			
¹⁷⁵ Lu	¹⁸⁵ Re	0.003	0.003~50			
¹⁷⁸ Hf	¹⁸⁵ Re	0.01	0.01~100			
¹⁸² W	¹⁸⁵ Re	0.1	0.1~100			
¹⁸¹ Ta	¹⁸⁵ Re	0.05	0.05~100			
²⁰⁵ Tl	¹⁸⁵ Re	0.1	0.1~50			
²⁰⁶ Pb, ²⁰⁷ Pb, ²⁰⁸ Pb,	¹⁸⁵ Re	0.1	0.1~500	$(1.0) \times (^{206}\text{Pb}) + (1.0) \times$ $(^{207}\text{Pb}) + (1.0) \times (^{208}\text{Pb})$		
²⁰⁹ Bi	¹⁸⁵ Re	0.05	0.05~100			
²³² Th	¹⁸⁵ Re	0.8	0.8~100			
²³⁸ U	¹⁸⁵ Re	0.003	0.003~100			
<p>^a 方法检出限是用实验室试剂空白的 10 次测定结果的 10 倍标准偏差计算求得, 稀释倍数为 1 000。所列检出限是在附录 C 所列仪器条件下测定。</p> <p>^b 干扰注释栏中的多原子离子干扰需采用求干扰系数的方法进行校正。</p>						

附录 B
(资料性附录)

单元素标准储备溶液的配制

警示——本标准所用高纯八氧化三铀、二氧化钍试剂具有放射性。每个实验室都有责任维护有关法则中关于本方法所提及的化学物质安全处理规定。参与化学分析的所有人员都应有化学实验室安全常识。

B.1 锂标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.532 4 g 光谱纯碳酸锂(Li_2CO_3),置于烧杯中,加入 5 mL 水润之,盖上表面皿,缓慢滴加 20 mL 硝酸(1+1),低温加热至全部溶解,煮沸赶 CO_2 。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.2 铍标准溶液(0.500 mg/mL)

准确称取 0.138 8 g 光谱纯氧化铍(BeO),置于烧杯中,加入 10 mL 氢氟酸,5 mL 硫酸,加热至冒尽白烟,残渣用 40 mL 盐酸(1+1)溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.3 钪标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.153 4 g 经 850 °C 灼烧 1 h 的光谱纯三氧化二钪(Sc_2O_3),置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.4 钛标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.500 0 g 海绵钛(Ti),置于烧杯中,加入 200 mL 盐酸(1+1),加热至溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用盐酸(1+1)稀释至刻度,摇匀。

B.5 钒标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.100 0 g 光谱纯金属钒(V),置于烧杯中,加入 40 mL 硝酸(1+1),加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.6 锰标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.347 1 g 光谱纯四氧化三锰(Mn_3O_4),置于烧杯中,加入 25 mL 浓盐酸,加热至溶解。冷却后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.7 钴标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.140 7 g 高纯三氧化二钴(Co_2O_3),置于烧杯中,加入 40 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.8 镍标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.140 9 g 光谱纯三氧化二镍(Ni_2O_3),置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.9 铜标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.100 0 g 电解铜(Cu),置于烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),微加热使 Cu 完全溶解后,

加入适量水及 10 mL 硝酸(1+1)。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

电解铜处理:浸泡在盐酸(5+95)中,煮沸 5 min,取出用蒸馏水冲洗干净。干燥后称样。

B. 10 锌标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.124 5 g 经 800 °C 灼烧 1 h 的高纯氧化锌(ZnO),置于烧杯中,用水润湿。加入 40 mL 硝酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B. 11 镓标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.134 4 g 高纯三氧化二镓(Ga_2O_3),置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),在水浴上加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

B. 12 砷标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.132 0 g 高纯三氧化二砷(As_2O_3),置于烧杯中,加少量水润湿。滴加氢氧化钠溶液至三氧化二砷刚好溶解。加入 20 mL 硝酸(1+1),移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

B. 13 铷标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.141 5 g 高纯氯化铷($RbCl$),置于烧杯中,加水溶解。溶解完全后移入 100 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。

B. 14 锶标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.241 5 g 经 70 °C 干燥 2 h 的高纯硝酸锶 $[Sr(NO_3)_2]$,置于烧杯中,用水润湿。加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B. 15 钇标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.127 0 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二钇(Y_2O_3),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B. 16 锆标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.135 1 g 高纯二氧化锆(ZrO_2),置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 5 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖,加热至溶解后,移去坩埚盖冒烟至坩埚内溶液为 0.5 mL 左右,加入 20 mL 硝酸(1+1)。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即转移至 100 mL 塑料瓶中保存。

B. 17 铌标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.143 0 g 光谱纯五氧化二铌(Nb_2O_5),置于聚四氟乙烯坩埚中,用水润湿。加入 5 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖,在低温电热板上加热至溶解。移去坩埚盖冒烟至约 0.5 mL 左右,加 10 mL 浓盐酸及少量水。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即转移至 100 mL 塑料瓶中保存。

B. 18 钼标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.150 0 g 经 500 °C 灼烧 1 h 的高纯三氧化钼(MoO_3),置于烧杯中,用水润湿,加入浓氨水 10 mL,低温加热至溶解后,继续加热至体积约 2 mL 左右,加入 20 mL 硝酸(1+1)。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.19 镉标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.114 2 g 高纯氧化镉(CdO),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.20 铟标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.100 0 g 高纯金属铟(In),置于烧杯中,加入 10 mL 浓盐酸溶解。将溶液移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

B.21 铯标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.126 7 g 经 105 °C 烘干 2 h 的高纯氯化铯(CsCl)于烧杯中,加水溶解。溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.22 钡标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.143 7 g 经 105 °C 干燥 2 h 的高纯碳酸钡(BaCO₃),置于烧杯中,加入水及 20 mL 硝酸(1+1),加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.23 镧标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.117 3 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镧(La₂O₃),置于烧杯中,用水润湿,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

B.24 铈标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.122 8 g 经 850 °C 灼烧过的高纯二氧化铈(CeO₂),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),并加 2 mL 过氧化氢,低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.25 镨标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.120 8 g 高纯氧化镨(Pr₆O₁₁)于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.26 铈标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.116 6 g 高纯三氧化二铈(Nd₂O₃),置于烧杯中,加入 40 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.27 钐标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.116 0 g 高纯三氧化二钐(Sm₂O₃),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.28 铕标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.115 8 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二铕(Eu₂O₃),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.29 钆标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.115 3 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二钆(Gd₂O₃),置于烧杯中,加入 30 mL 王水

(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

B.30 铽标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.117 6 g 经 850 °C 灼烧过的高纯氧化铽(Tb_4O_7),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.31 镝标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.114 8 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二镝(Dy_2O_3),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。

B.32 铥标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.114 6 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二铥(Ho_2O_3),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.33 铒标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.114 4 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二铒(Er_2O_3),置于烧杯中,加入 40 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.34 铥标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.114 2 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二铥(Tm_2O_3),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.35 镱标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.113 9 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镱(Yb_2O_3),置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.36 镱标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.113 7 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镱(Lu_2O_3),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.37 铪标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.117 9 g 光谱纯三氧化二铪(Hf_2O_3),置于聚四氟乙烯塑料坩埚中,用水润湿。加入 5 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖在电热板上低温加热至完全溶解。打开坩埚盖蒸发至约 0.5 mL 左右,加 10 mL 盐酸及少量水。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即移入塑料瓶中保存。

B.38 钽标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.100 0 g 高纯金属钽(Ta),置于塑料坩埚中,加入 2mL~3 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖在电热板上低温加热至完全溶解。打开坩埚盖蒸发至约 0.5 mL 左右,加 10 mL 盐酸。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即移入塑料瓶中保存。

B.39 钨标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.126 1 g 经 500 °C 灼烧过的氧化钨(WO_3),置于烧杯中,加入 2 g 固体碳酸钠及少量水,

低温加热至溶解。溶解完全后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即转移至塑料瓶中保存。

B.40 铊标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.111 7 g,经 105 °C 烘 2 h 的光谱纯三氧化二铊(Tl_2O_3),置于烧杯中,加入 10 mL 硝酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.41 铅标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.107 7 g 高纯氧化铅(PbO),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸,低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.42 铋标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.111 5 g 高纯三氧化二铋(Bi_2O_3),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热至完全溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.43 钍标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.113 8 g 二氧化钍(ThO_2),置于烧杯中,加入 10 mL 盐酸和少量氟化钠,加热溶解后,加入 2 mL 高氯酸,蒸发至干。加入 2 mL 盐酸,在水浴上蒸干。加入 20 mL 盐酸(2+98),微热,冷却后用盐酸(2+98)转入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

B.44 铀标准溶液(0.500 mg/mL)

准确称取 0.059 0 g 高纯八氧化三铀(U_3O_8),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.45 铼标准溶液(0.1 mg/mL)

准确称取 0.038 6 g 光谱纯氯铼酸铵 $[(NH_4)_3RhCl_6 \cdot 1.5H_2O]$,置于烧杯中,加入 10 mL 盐酸和少量氯化钠溶解。移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+9)稀释至刻度,摇匀。

B.46 铼标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 1.440 6 g 高纯铼酸铵(NH_4ReO_4),置于烧杯中,用水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.47 铁标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.100 0 g 高纯金属铁(Fe),置于烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1),加热至溶解。冷却后将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.48 钙标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.249 8 g 高纯碳酸钙($CaCO_3$),置于烧杯中,加入 20 mL 水,再加入 2 mL 硝酸(1+1)至溶解。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.49 锡标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.100 0 g 分析纯金属锡(Sn),置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶,用盐酸(1+1)稀释至刻度,摇匀。

附 录 C
(资料性附录)

电感耦合等离子体质谱仪工作参考条件

以某四极杆电感耦合等离子体质谱仪为例的工作参数见表 C.1。

表 C.1 电感耦合等离子体质谱仪工作参考条件

参数	设定值	参数	设定值
ICP 功率/W	1 350	跳 峰	3 点/质量
冷却气流量/(L/min)	13.0	停留时间	10 ms/点
辅助气流量/(L/min)	0.7	扫描次数	40 次
雾化气流量/(L/min)	1.0	测量时间	60 s
取样锥孔径/mm	1.0		
截取锥孔径/mm	0.7		

参 考 文 献

- [1] EPA Method 200.8 Revision 5.4(1994)-美国国家环境保护署方法 200.8,5.4 版(1994).
 - [2] DZ/T 0223—2001 电感耦合等离子体质谱分析(ICP-MS)方法通则.
 - [3] 何红蓼,李冰,韩丽荣,孙德忠,王淑贤,李松. 封闭压力酸溶-ICP-MS 法测定地质样品中 47 个元素的评价. 分析试验室. 2002,21(5):8-12.
 - [4] 李冰,杨红霞. 电感耦合等离子体质谱原理和应用. 北京:地质出版社,2005.
-