ICS 13.060.50
D51

T/QAS

青 海 省 标 准 化 协 会 团 体 标 准

T/QAS 006—2019

卤水 铷铯的测定
电感耦合等离子体质谱法

2021－12－20 发布　　2019－12－26 实施

青海省标准化协会　　发 布

目　　次

前言 II
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　仪器和设备 1
6　试样 2
7　分析步骤 2
8　数据处理 2
9　质量控制 2
10　废物处理 3
附录 A（资料性附录）　仪器测试条件 4
附录 B（资料性附录）　各元素推荐测定谱线 5

前　　言

本文件依据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》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。

本文件主要起草人：肖玉萍、张婵、袁红战、、。

卤水 铷铯的测定　电感耦合等离子体质谱法

警示：使用本标准的人员应经培训后方能使用。本标准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

本标准规定了卤水中铷铯的测试方法。

本标准适用于卤水中铷铯的测定。

测定范围：Rb^+：0.0022mg/L～100mg/L;Cs^+: 0.0035mg/L～100mg/L。

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，仅所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 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 0130.6 地质矿产实验室测试质量管理规范　第6部分：水样分析

3　原理

卤水经稀释后，利用电感耦合等离子体作为离子源，将试料中的铷 铯元素离子化，根据铷铯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铷铯量

4　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规定的分析实验室用水。

1.铷 铯标准储备液：ρ（Rb^+）=100ug/mL；ρ（Cs^+）=100ug/mL

2.铷 铯标准工作液（1.0ug/mL），自行配制；

3.铼标准储备液（1000ug/mL），市售或者自行配制；

4.铼内标元素工作液（1mg/mL），自行配制；

5.仪器调谐液（1mg/mL），市售或者自行配制；

6.高纯氩气：氩气含量≥99.999%。

5　仪器和设备

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。

a)　仪器名称：820 电感耦合等离子体质谱仪；

b)　分析天平(感应量±0.0001g)；

6 试样

试样保存在密封的塑料瓶中。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

将样品稀释至含盐量小于1 g/L以下，待测，同时制备空白溶液。

7.2 系列标准溶液

按表1规定分别吸取铷铯标准工作溶液(4.2)置于100 mL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

7.3 校准曲线绘制

测定前，根据待测元素和仪器性能，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铷铯的校准曲线并存储数据。

7.4 测定

与标准溶液相同的条件下以铼为内标溶液校准系列(7.2）、空白溶液和试料溶液（7.1），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（ug/L）。

8 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）计算样品中铷铯的浓度。

$$\rho = (\rho_1 - \rho_0) \times N \quad \ldots\ldots (1)$$

式中：

ρ—样品中铷铯的浓度，μg/L；

ρ_1—标准曲线上查出的铷铯的浓度，μg/L；

ρ_0—标准曲线上查出的铷铯的空白浓度，ug/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。

9 质量控制

9.1 准确度控制

同类型试样，每一批次试样数在10个以下时，加标回收试样数为2份～3份，10个以上试样数时，加标回收式样数为3份～4份。试样中待测组分的加标回收率控制在95%～105%，超出此范围判定为不合格。

加标回收率按公式（1）计算：

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

9.2 精密度控制

每一批试样随机抽取20%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样的，检查分析比例应增加至30%～50%。重复分析相对偏差允许限依据公式（2）计算：

$$Y=11.0CX^{-0.28} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (3)$$

式中：

Y －重复分析相对偏差允许限，%；

X －各组分分析结果的浓度值，mg/L；

C －重复分析相对偏差允许限系数，由DZ/T 0130.6可取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。

9.3 空白试验

应随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取同一试剂瓶，加入同等的量。

10 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。