ICS 13.060.50
CCS D51

T/QAS

青 海 省 标 准 化 协 会 团 体 标 准

T/QAS 032—

卤水 铜 铅 锌 砷的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

2021－ －发布 2021－ －实施

青海省标准化协会 发 布

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：袁红战、武丽平、肖玉萍、马成冰、王培艳、郭敏、薛超群、李海明、包昕民刘磊、。

卤水 铜 铅 锌 砷的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

警示：使用本文件的人员应经培训后方能使用。本文件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

本文件规定了卤水中铜、铅、锌、砷的测定方法。

本文件适用于卤水中铜、铅、锌、砷的测定；方法检出限：铜：0.026 mg/L、铅：0.030 mg/L、锌：0.023 mg/L、砷：0.037 mg/L，测定范围：0.050mg/L ～40.00 mg/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 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 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经分离富集后，加入盐酸和硝酸。将待测溶液引入高温等离子炬中，待测元素被激发成离子及原子，在规定的波长处测量各元素离子及原子的发射光谱强度，由仪器自带计算机计算出元素的含量。

5 干扰及消除

天然卤水及盐水矿化度很高，从几十到几百克每升，主离子钾、钠、镁、钙、硫酸根都很高，而铜、铅、锌、砷含量一般情况下都很低，样品需要通过分离富集消除主元素的干扰，同时在标准工作液加入铁元素消除基体干扰。

6 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规定的二级水。

6.1.盐酸：ρ（HCl）=1.19 g/mL；

6.2.硝酸：ρ（HNO_3）=1.42 g/mL；
6.3.铜标准储备溶液（1mg/mL），市售；
6.4.铅标准储备溶液（1mg/mL），市售；
6.5.锌标准储备溶液（1mg/mL），市售；
6.6.砷标准储备溶液（1mg/mL），市售；
6.7.氢氧化钠溶液：100g/L
6.8.三氯化铁溶液：1mg/mL
6.9.盐酸溶液（1+9）；
6.9.王水（1+1）；
6.10.高纯氩气：氩气含量≥99.99%。

7 仪器设备

7.1.电感耦合等离子体发射光谱仪；仪器工作参数：可参考资料性附录 A。

7.2.PH 计；

7.3.分析天平(感量 0.1mg)。

8 试样

试样保存在蜡封的聚四氟乙烯瓶中。

9 分析步骤

9.1 样品前处理

量取适量的卤水置于 500mL 的烧杯中,加入 6mL$FeCl_3$溶液（6.8）,用 NaOH 溶液（6.7）和 HCl 溶液（6.9）在 PH 计上调节到 PH 值为 9，放置过夜，过滤，将烧杯中的沉淀擦洗干净并用水洗沉淀 5-6 次，然后用王水（6.9）将沉淀熔解并用 25mL 的比色管承接，用水洗净滤纸（5-6 次）,稀释至刻度，摇匀，待测。同步做空白实验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

9.2 标准系列的制备

将各元素标准溶液（1mg/mL ：市售）逐级稀释至所需浓度，按表 1 规定吸取各标准溶液至 100mL 容量瓶中，再分别加入 10mL 王水(6.9)，用水稀释至刻度，摇匀。

表 1 标准工作溶液（单位：mg/L）

	1	2	3	4	5	6
Cu^{2+}	0.0	0.5	1.0	2.0	5.0	10.0

Pb^{2+}	0.0	0.5	1.0	2.0	5.0	10.0
Zn^{2+}	0.0	0.5	1.0	2.0	5.0	10.0
As^{3+}	0.0	0.5	1.0	2.0	5.0	10.0

9.3 标准曲线的绘制

测定前，根据待测元素性能和仪器性能，进行氩气流量、射频发生器功率等测量条件优化，在 Cu 324.754nm, Pb 220.353nm, Zn 213.857nm,As 188.980nm 波长处测定各种标准溶液的辐射强度，以质量浓度（mg/L）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

9.4 测定

与标准溶液相同的条件下分别测量校准溶液系列、空白溶液和经过前处理后的样品溶液，测定辐射强度。在工作曲线上查出被测元素的质量浓度ρ（mg/L）。

10 数据处理

根据测定样品辐射强度，在工作曲线上查出被测元素的质量浓度，按公式（1）计算样品中锂的浓度。

$$\rho = \frac{\rho_1 - \rho_0}{N} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ—样品中各元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_1—标准曲线上查出的各元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0—标准曲线上查出的各元素的空白浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

N—富集倍数；

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。

11 质量控制

11.1 准确度控制

同类型试样，每一批次试样数在10个以下时，取至少一个加标回收试样，10个以上试样时，加标回收试样数比例10%。试样中待测组分的加标回收率控制在90%～110%，超出此范围判定为不合格。加标回收率按公式（2）计算：

$$P = \frac{X_1 - X_0}{X} \times 100\% \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

P—回收率，%；

X_1—加标试样测定值，mg/L；

X_0—试样测定值，mg/L；

X—加标量，mg/L。

11.2 精密度控制

每一批试样随机抽取10%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样，取至少一个检查分析样。重复分析相对偏差允许限依据公式（3）计算：

$$Y = 11CX^{-0.28} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

C—重复分析相对偏差允许限系数，参照DZ/T 0130取C=1.5；

X—各组分分析结果的浓度值，mg/L；

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。

11.3 空白试验

应随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取同一批试剂，加入同等的量。

12 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。

附 录 A

（资料性附录）

仪器参考条件

推荐参数为：RF 1200W，泵速 50r/min，辅助气流量 1.0L/min,雾化器流量 0.60L/min。