

DB63

青 海 省 地 方 标 准

DB 63/ T—XXXX

卤水 卤水中锂的测定 电感耦合等离子体质谱法

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

青海省市场监督管理局

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
7.1 测定	2
7.2 系列标准溶液配置和绘制	2
7.3 内标	2
8 数据处理	2
9 质量控制	2
9.1 准确度控制	2
9.2 精密度控制	2
10 空白试验	3
11 废物处理	3
附录 A（资料性附录） 仪器测试条件	4

前 言

本标准依据GB/T1.1-2009的规则编写。

本标准由青海省地质矿产测试应用中心提出。

本标准由青海省自然资源厅归口。

本标准主要起草单位：青海省地质矿产测试应用中心、青岛鲁海光电科技有限公司。

本标准主要起草人：石华、刘氙、朱琳、李国良、杜作朋、魏振宏、陶丽萍、王婷、崔丽君、吕大勇。

卤水 卤水中锂的测定 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锂的测试方法。

本标准适用于卤水中锂的测定，测定范围为0.32mg/L~5000mg/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

试样经适量稀释后，采用电感耦合等离子体质谱进行检测，根据元素的质谱图或特征离子进行定性，内标法定量。样品由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道，在高温和惰性气体中被充分蒸发、解离、原子化和电离，转化成的带电荷的正离子经离子采集系统进入质谱仪，质谱仪根据离子的质荷比即元素的质量数进行分离并定性、定量的分析。在一定浓度范围内，元素质量数处所对应的信号响应值与其浓度成正比。

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。

a) 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ ；

b) 硝酸：（5+95）；

c) Li 标准溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：市售。

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) 电感耦合等离子体质谱仪；

b) 分析天平(感量 0.1mg)。

6 试样

试样保存在密封的塑料桶中。

7 分析步骤

7.1 测定

试样用(5+95)硝酸(b)适当稀释后,在电感耦合等离子体质谱仪测试Li。一般控制稀释后试液的总盐量小于1g/L为宜。

7.2 系列标准溶液配置和绘制

按表1用(5+95)硝酸(b)逐级稀释锂标准溶液(c),按附录A拟定的工作条件进行测定,由计算机自动绘制工作曲线。

表1 Li 标准工作溶液(单位:mg/L)

元素	标准点 1	标准点 2	标准点 3	标准点 4	标准点 5	标准点 6
Li	0.0	0.2	0.5	1.0	2.0	4.0

7.3 内标

测定前,本法采用的定量校正方法为内标。选($\rho(^{103}\text{Rh})=10\text{ng/mL}$)为测定的内标元素。内标元素溶液由内标溶液专用的蠕动泵管,泵入一个三通管阀,把内标元素和样品溶液合并混匀后,一并泵入雾化系统后进入等离子炬焰中。

8 数据处理

以样品中锂元素的测定信号强度,在工作曲线上查出锂元素的质量浓度 ρ (mg/L)。

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,加标回收试样数为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:

$$\text{回收率}(\%) = \frac{\text{加标试样测试值} - \text{试样测试值}}{\text{加标量}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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:

$$Y = 11.0CX^{-0.28} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

C—各组分分析结果的浓度值，mg/L；

X—重复分析相对偏差允许限系数，由DZ/T 0130.6可查得C=1。

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；大于等于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

10 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。

11 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)
仪器测试条件

本实验采用电感耦合等离子体质谱仪进行测定分析，每款仪器具体条件会有不同，可根据具体情况调节，参考测试条件如下：

功率：1150W；
冷却气流量：15L/min；
蠕动泵转速：24r/min；
室温：20℃±3℃；
采样锥孔径：1.1mm；
雾化器流量：0.72L/min；
辅助气流量：1.2L/min；
进样冲洗时间：20s；
截取锥孔径：0.9mm；
停留时间：30ms/点；
扫描方式：跳峰。
