



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23942—2009

---

## 化学试剂 电感耦合等离子体 原子发射光谱法通则

Chemical reagent—  
General rules for inductively coupled  
plasma atomic emission spectrometry

2009-06-02 发布

2010-02-01 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



## 前 言

本标准附录 A、附录 B、附录 D 为规范性附录，附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位：中国计量科学研究院、北京化学试剂研究所。

本标准主要起草人：史乃捷、李海峰、马联弟、韩宝英。

# 化学试剂

## 电感耦合等离子体

### 原子发射光谱法通则

#### 1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定化学试剂中金属以及非金属杂质的要求和测定方法。

本标准适用于化学试剂中含多种杂质的液体试样或去除基体后的试液直接进样,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)进行测定。本标准不适用于固体进样。

#### 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析术语

GB/T 4842 氩

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)

JJG 768 发射光谱仪

#### 3 术语和定义

GB/T 4470 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

##### 3.1

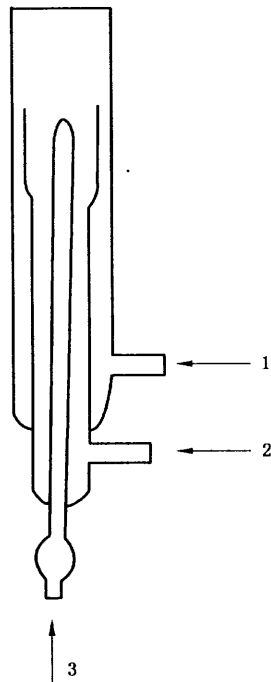
**高频发生器 high frequency generator**

给耦合线圈和等离子体提供高频能量的高频功率源。

##### 3.2

**等离子炬管 plasma torch**

维持电感耦合等离子体(ICP)稳定放电的,一般由三层同心石英管组成的装置。炬管外管进冷却气,中间管进辅助气,内管进载气,炬管示意图见图1。



- 1——冷却气；
- 2——辅助气；
- 3——载气。

图 1 炬管示意图

3.3

**入射功率 incident power**

由高频发生器输送给耦合线圈和等离子体的净功率。

3.4

**观测高度 observation height**

选取等离子炬曝光部位的高度。

3.5

**冷却气 coolant gas**

炬管最外层的气流,其作用为冷却炬管和维持等离子体。

3.6

**辅助气 auxiliary gas**

炬管中间管的气流,其作用为点燃等离子体,等离子炬形成后可以停止通气。

3.7

**载气 carrier gas**

炬管内管的气流,其作用为液体雾化成气溶胶,并载带气溶胶进入等离子体。

3.8

**冲洗时间 washing time**

曝光前用试样溶液冲洗进样系统的时间。

4 方法原理

试样溶液经雾化系统雾化后形成气溶胶,由载气带入等离子内,在高温和惰性氩气气氛中蒸发、原子化、激发和电离。被测元素的原子或离子被激发时,电子在原子内不同能级跃迁,当由高能态向低能态跃迁时产生特征辐射,通过确定这种特征辐射的波长及其相对强度,可对各元素进行定性或定量

分析。

## 5 试剂

- 5.1 盐酸和硝酸应选用高纯试剂或优级纯试剂经亚沸蒸馏(石英亚沸蒸馏装置见附录 A)。
- 5.2 实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水规格。
- 5.3 标准溶液应使用有证单元素溶液标准物质或按 GB/T 602 规定制备,多元素组标准溶液按附录 B 制备。

## 6 仪器

### 6.1 一般规定

电感耦合等离子体原子发射光谱仪应符合 JJG 768 的规定。

### 6.2 仪器类型

- 6.2.1 多通道电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 6.2.2 顺序型电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 6.2.3 全谱直读电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

### 6.3 仪器组成

电感耦合等离子体原子发射光谱仪由进样系统、激发光源、色散系统、检测系统和数据处理系统组成。

## 7 测定

### 7.1 测定条件的选择

#### 7.1.1 待测元素分析谱线

待测元素分析谱线的波长参见附录 C。

#### 7.1.2 入射功率

按待测样品特点和仪器条件选择最佳功率,一般范围为(0.8~1.5)kW。

#### 7.1.3 观测高度

从观测区中心到耦合线圈上端的距离,一般为(10~18)mm。单元素测定时,应选取被测元素的最佳观测高度;多元素测定时,应采用折衷观测高度。

#### 7.1.4 气体及其流量

按炬管和分析要求,确定各气体流量。所用的氩气应符合 GB/T 4842 的要求。

#### 7.1.5 溶液提吸速率

溶液提吸速率一般为(0.5~2)mL/min。

#### 7.1.6 分析时间

冲洗时间和曝光时间由仪器和分析要求来确定。

### 7.2 干扰的消除

7.2.1 采用合适的分离方法和选择合适的元素谱线、观测高度、入射功率和载气流量,可将光源中的一些干扰效应限制在一定的水平上。对于光谱干扰可采用基于校正干扰系数的方法、分离方法或采用仪器厂家提供的软件进行校正。对于非光谱干扰应采用基体匹配或标准加入法等进行校正。

7.2.2 试样溶液与标准溶液的介质和酸度应尽量一致,保证仪器对溶液提吸速率的稳定,可消除试样产生的物理干扰。

### 7.3 测定方法

#### 7.3.1 样品的处理

根据试样特性和仪器测量特点,可以采用挥发、酸消解、碱消解、干灰化、萃取、离子交换、沉淀等分

离方法除去试样基体,或直接稀释制成试样溶液。

取样量根据试样中待测元素的质量浓度和方法的检出限来确定;试样溶液中待测元素质量浓度至少应为该元素检出限三倍。检出限的测定方法见附录 D。

### 7.3.2 工作曲线法

按产品标准的规定,制备试样溶液、空白试验溶液及四至五个质量浓度成比例的标准溶液,在规定的仪器条件下,分别测定相应的强度值。以标准溶液的质量浓度为横坐标,对应的强度值为纵坐标,绘制标准工作曲线。在工作曲线上查出试样溶液中待测元素的质量浓度。

### 7.3.3 标准加入法

按产品标准的规定制备试液和空白溶液。量取相同体积的上述试液,至少四份。其中一份不加标准溶液,其余几份分别加入成比例的标准溶液,并稀释至规定体积,在规定的仪器条件下,分别测定相应的强度值。以加入标准溶液质量浓度为横坐标,对应的强度值为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横轴相交,交点即为待测元素的质量浓度。

### 7.3.4 计算

待测元素的质量分数以  $w$  计,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{\rho \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho$ ——由曲线上查出被测元素质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——样品质量的数值,单位为克(g)。

## 8 回收率

待测元素回收率应控制在 80%~120%。

## 9 安全注意事项

9.1 应按高压钢瓶安全操作规定使用高压氩气钢瓶。

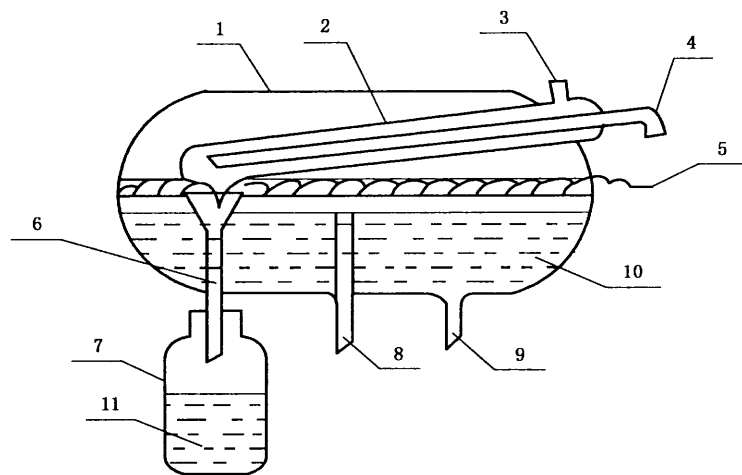
9.2 为了防止高频辐射伤害身体,点燃等离子体后,不开炬室门。

9.3 注意安全用电。

附录 A  
(规范性附录)  
石英亚沸蒸馏装置

A.1 石英亚沸蒸馏装置

见图 A.1。



- 1——亚沸蒸馏器；
- 2——冷凝器；
- 3——冷却水出口；
- 4——冷却水入口；
- 5——电热丝；
- 6——接液翻斗；
- 7——接收瓶；
- 8——溢流口；
- 9——上料口及残液出口；
- 10——盐酸或硝酸；
- 11——经亚沸蒸馏提纯的盐酸或硝酸。

图 A.1 石英亚沸蒸馏装置

A.2 注意事项

A.2.1 温度应严格控制在酸的沸点以下，溶液不能沸腾。

A.2.2 蒸出液体流速应控制在 40 mL/h 左右。

**附 录 B**  
(规范性附录)

**多元素组标准溶液的制备**

- B.1** 多元素组标准溶液应使用有证多元素溶液标准物质,其他规定同第5章。  
**B.2** 互有化学干扰、产生沉淀及互有光谱干扰的元素应分组配制。  
**B.3** 分组实例见表 B.1,表中所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

**表 B.1**

组别	元素和浓度	介质
第一组	Ag Al Au Be Bi Co Cr Cu Fe Ga Mn Mo Ni P Pa Pt Sb Sn Ti Tl V Zn 各元素质量浓度为 1.0 μg/mL	盐酸溶液(6%)
第二组	As B Ba Ca Cd Li Mg Pb Sr 各元素质量浓度为 1.0 μg/mL	硝酸溶液(2%)
第三组	K Na 各元素质量浓度为 10.0 μg/mL	硝酸溶液(2%)



附 录 C  
(资料性附录)  
待测元素分析谱线波长表

C.1 电感耦合等离子体原子发射光谱部分元素对应的谱线波长见表 C.1。

表 C.1

元素	波长/nm
Ag	211.383,224.641,224.874,232.505,233.137,241.318,243.779,328.068,338.289
Al	226.910,226.922,237.312,237.335,257.510,308.215,309.271,309.284,394.401,396.152
As	189.042,193.696,193.759,197.197,198.970,199.048,200.334,200.919,228.812,234.984,278.022
Au	191.893,195.193,197.819,198.963,200.081,201.200,208.209,211.068,242.795,267.595
B	182.500,208.893,208.959,249.678,249.773
Ba	225.473,230.424,233.527,234.758,389.178,413.066,452.493,455.403,489.997,493.409
Be	205.590,205.601,217.499,217.510,234.861,249.473,265.045,313.042,313.107,332.134
Bi	190.241,195.389,206.170,213.363,222.825,223.061,227.658,289.798,298.903,306.772
Ca	315.887,317.933,364.410,393.366,396.847,422.673
Cd	214.438,226.502,228.802,231.284,326.106,346.620,361.051,479.992
Co	228.616,229.299,230.786,231.160,236.379,237.862,238.346,238.636,238.892,345.350
Cr	205.552,206.149,206.542,267.716,276.654,283.563,284.325,284.984,298.919,425.435
Cu	211.209,213.598,219.226,219.958,221.810,222.778,223.008,224.700,324.754,327.396
Fe	234.349,238.204,239.562,240.488,259.837,259.940,263.105,263.132,271.441,322.706
Ga	287.424,294.364,403.298,417.206
In	230.606,410.176,451.131
K	404.414,404.721,766.490
Li	460.286,497.170,670.784
Mg	202.582,279.079,279.553,279.806,293.654,382.900,382.935,383.231
Mn	191.510,257.610,259.373,260.569,279.482,279.827,293.306,293.930,344.199,403.307
Mo	201.511,202.030,203.844,204.598,263.876,277.540,281.615,287.151,379.825
Na	330.237,330.298,588.995,589.592
Ni	216.556,217.467,221.647,225.386,227.021,230.300,231.604,232.003,341.476,352.454
P	178.200,202.347,203.349,213.547,213.618,214.914,215.294,253.401,253.565,255.328
Pb	216.999,220.353,224.688,239.379,247.638,261.418,266.316,283.306,368.348,405.783
Pd	223.159,229.651,236.796,248.653,248.892,324.270,340.458,342.124,360.955,363.470
Pt	193.700,203.646,204.937,212.861,214.432,217.467,224.552,248.717,265.945,306.471
S	180.731,182.037
Sb	195.039,204.957,206.833,213.969,217.581,217.919,231.147,252.852,259.805,259.809
Se	196.026,196.090,203.985,206.279

表 C.1 (续)

元素	波长/nm
Si	198.899,212.412,221.667,250.690,251.432,251.611,251.920,252.411,252.851,288.158
Sn	189.980,224.605,226.891,235.484,242.170,242.949,283.999,286.333,317.505
Sr	215.284,216.596,232.235,338.071,346.446,407.771,416.180,421.552,430.545,460.733
Ti	307.864,308.802,323.452,334.904,334.941,336.121,337.280,338.376,350.489,368.520
Tl	190.864,223.782,237.969,258.014,276.787,291.832,351.924,352.943,377.572
V	270.094,289.332,290.882,292.402,292.402,292.464,309.311,310.230,311.071,437.924
Y	224.306,242.220,371.030,324.228,360.073,362.094,377.433,437.494,320.332,319.562
Zn	202.548,206.200,213.856,280.106,328.233,330.259,334.502,334.557,472.216,481.053
Zr	256.887,257.139,267.803,272.261,327.305,327.926,339.198,343.823,349.621,357.247

**附 录 D**  
(规范性附录)  
**检出限测定方法**

**D.1 检出限测定方法**

配制四至五个质量浓度成比例的待测元素的标准溶液及空白溶液,调节仪器至最佳工作状态,测定系列标准溶液的强度值,绘制工作曲线,同时连续十次测定空白溶液的质量浓度值。

检出限以  $D$  计,数值以微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )表示,按式(D.1)计算:

$$D = 3S \quad \dots\dots\dots(\text{D.1})$$

式中:

$S$ ——标准偏差,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

空白溶液的标准偏差  $S$ ,按式(D.2)计算:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad \dots\dots\dots(\text{D.2})$$

式中:

$x_i$ ——空白溶液单次测定值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$\bar{x}$ ——空白溶液测定平均值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$n$ ——测定次数。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
化 学 试 剂  
电 感 耦 合 等 离 子 体  
原 子 发 射 光 谱 法 通 则  
GB/T 23942—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

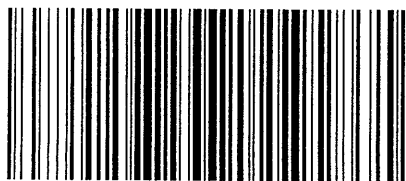
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 16 千字  
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

\*

书号:155066·1-38706 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 23942-2009

打印日期:2009年11月16日