

附录 A
(资料性附录)

元素测定推荐质量数和仪器工作参考条件

A.1 元素测定推荐质量数(见表 A.1)

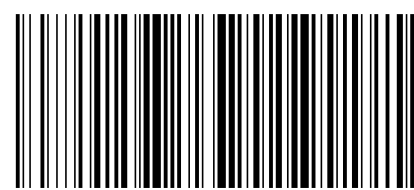
表 A.1 元素测定推荐质量数

稀土元素	钪(Sc)	钇(Y)	镧(La)	铈(Ce)	镨(Pr)	钕(Nd)	钐(Sm)	铕(Eu)
质量数	45	89	139	140	141	146	147	153
稀土元素	钆(Gd)	铽(Tb)	镝(Dy)	钬(Ho)	铒(Er)	铥(Tm)	镱(Yb)	镱(Lu)
质量数	157	159	163	165	166	169	172	175

A.2 仪器工作参考条件(见表 A.2)

表 A.2 仪器工作参考条件(型号:X series II)

参数(Parameter)	数值 (Values)	参数(Parameter)	数值 (Values)
正向功率(Forward power)	1 200	总电压(PC detector)	3 710
萃取电压(Extraction)	78	六极杆后聚焦电压(Focus)	14.9
冷却气流量(Cool)	13	辅助气流量(Auxiliary)	0.9
L1 聚焦电压(Lens 1)	1 010	L2 聚焦电压(Lens 2)	68.2
L3 聚焦电压(Lens 3)	172.5	能量限制电压(DA)	59.6
离子偏转电压(D1)	45.5	离子偏转电压(D2)	140
极偏压(Pole bias)	3	六极杆偏压(Hexapole bias)	6
雾化气流量(Nebuliser)	0.79	采样深度(Sampling depth)	100
矩管垂直方向(Vertical)	395	矩管水平方向(Horizontal)	70



GB/T 30714—2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-49757

定价: 14.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 30714—2014

电感耦合等离子体质谱法测定
砚石中的稀土元素Determination of rare earth in ink-stone
by inductively coupled plasma mass spectrometry

2014-06-09 发布

2014-10-01 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

度 CPS,计算出样品待测液中各稀土元素的含量。对于稀土元素含量超出标准曲线浓度范围的样品,可根据实际情况定量稀释后测定。元素测定推荐质量数和仪器工作参考条件分别参见表 A.1 和表 A.2。为避免氧化物的干扰,也可选择在碰撞池模式下进行测试。

8 结果计算

样品中第 i 种稀土元素含量的计算见式(1):

$$X_i = \frac{(c_i - c_{i0}) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i ——样品中第 i 种稀土元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_i ——样品待测液中第 i 种稀土元素的含量,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- c_{i0} ——试剂空白液中第 i 种稀土元素的含量,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V ——样品待测液的定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品的质量,单位为克(g)。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
电感耦合等离子体质谱法测定
钇石中的稀土元素
GB/T 30714—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

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 0.5 字数 10 千字
2014 年 8 月第一版 2014 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49757 定价 14.00 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)68510107

- 4.12 铈(Rh)标准溶液(1 000 mg/L),选用相应浓度的有证标准物质。
- 4.13 铈(Re)标准溶液(1 000 mg/L),选用相应浓度的有证标准物质。
- 4.14 In、Rh、Re 混合内标储备液(10.0 mg/L):分别吸取 1.00 mL In 标准溶液(4.11)、Rh 标准溶液(4.12)、Re 标准溶液(4.13),置于 100 mL 容量瓶中,用 2%硝酸溶液(4.2)稀释至刻度,摇匀。
- 4.15 In、Rh、Re 混合内标使用液(20.0 μg/L):吸取 1.00 mL 混合内标储备液(4.14)置于 500 mL 容量瓶中,用 2%硝酸溶液(4.2)稀释至刻度,摇匀。内标使用液与样液的进样比例为 1:1。必要时,可根据仪器设定的比例,选择合适浓度的内标使用液。
- 4.16 所用玻璃仪器均应用 20%硝酸浸泡过夜,用水反复冲洗,最后用蒸馏水洗干净,干燥备用。所有试验用水均为 GB/T 6682 规定的一级水。

5 仪器与设备

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪。
- 5.2 干燥恒温箱。
- 5.3 电子分析天平(感量 0.1 mg)。
- 5.4 可调式电热板。
- 5.5 聚四氟乙烯消化杯或消化罐。
- 5.6 试样粉碎设备。

6 试样制备

- 6.1 试样加工制备按 DZ/T 0130.2 要求进行。
- 6.2 试样加工后按 GB/T 14505—2010 中 4.1.1 的要求进行保存。

7 分析步骤

7.1 试样处理

称取约 0.1 g(准确至 0.1 mg)试样于聚四氟乙烯消化杯中,依次加入 16.0 mL 王水(4.4)、4.0 mL 氢氟酸(4.5)和 2.0 mL 高氯酸(4.6),混合均匀。盖上聚四氟乙烯消化盖,预留狭缝,在电热板上 130 ℃~150 ℃加热 2 h~3 h。试样消化完全后,冷却取出,用少量水吹洗杯壁、杯盖,敞开杯口,在电热板上加热近干。再用少量水吹洗杯壁,依次加入 2.0 mL 王水(4.4)、1.0 mL 的硼酸溶液(4.8),振荡均匀,在电热板上加热 10 min~20 min 后,将消化液洗入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至记刻度,摇匀,待测。同时进行空白试验。

7.2 标准系列的制备

吸取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 稀土标准使用液(4.10),分别置于 100 mL 容量瓶中,用 2%硝酸溶液(4.2)稀释至刻度,混匀。根据待测元素的实际含量,可在 1.0 μg/L~200 μg/L 范围内选取合适的工作曲线范围。

7.3 测定

使用调谐液调整仪器各项指标,使灵敏度、氧化物、双电荷、分辨率等各项指标达到测定要求后,编辑测定方法、选择测定元素及内标元素,将空白溶液、标准系列、样品待测液分别测定。选择 In、Rh、Re 推算的虚拟内标为各元素内标,绘制标准曲线、计算回归方程。根据样品待测液中各稀土元素的信号强

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由中华人民共和国国土资源部提出。
本标准由全国珠宝玉石标准化技术委员会(SAC/TC 298)归口。
本标准起草单位:深圳市计量质量检测研究院。
本标准主要起草人:罗美中、陈志强、蓝延、何小青、黄小龙、郑彦婕、胡书玉、杨万颖。