



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

水处理剂分析方法 第2部分：砷、汞、 镉、铬、铅、镍、铜含量的测定 电感耦合 等离子体质谱(ICP-MS)法

Analysis of water treatment chemicals—Part 2: Determination of arsenic, mercury, cadmium, chromium, lead, nickel and copper—Inductively coupled plasma mass spectrometry(ICP-MS)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件是GB/T XXXXX《水处理剂分析方法》的第2部分。GB/T XXXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：磷含量的测定；

——第2部分：砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC 63）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

水处理剂分析方法 第2部分：砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法

警告：本文件使用的强酸具有腐蚀性，使用时避免吸入或接触皮肤。溅到身上立即用大量水冲洗，严重时立即就医。

1 范围

本文件描述了水处理剂中砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定方法——电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法。

本文件适用于水处理剂中砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定。该方法适用于砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量为0.0000001%~0.001%范围的测定。

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 602 化学试剂杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样通过进样系统进入等离子体质谱仪，由氩气带入等离子体火炬中。各被测元素在等离子体火炬中被蒸发、离解、原子化和电离，绝大多数金属离子成为单价离子，这些离子进入质谱仪真空系统。离子在电场作用下聚焦成离子束后进入质量分析器，根据质量/电荷比的不同依次分开。最后由离子检测器进行检测，产生的信号经过放大后通过信号测定系统检出。被测元素的浓度与其信号强度成正比，以此测定试样中待测元素的含量。根据试样特点采用外标法或标准加入法进行定量，以测定试样中砷、镉、铬、铅、镍、铜及汞的含量。

4 试剂或材料

4.1 本文件所用试剂和水，除非另有规定，应使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水。试验中所需杂质标准溶液按 GB/T 602 之规定制备。

4.2 硫酸。

4.3 硝酸。

4.4 盐酸。

4.5 硝酸溶液：2+98。

4.6 盐酸溶液：2+98。

4.7 含有砷、镉、铬、铅、镍、铜元素混标贮备溶液：100mg/L。

4.8 含有汞元素混标贮备溶液：100mg/L。

4.9 稀释液：硝酸溶液：盐酸溶液=1：1。

5 仪器设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。

5.2 氩气：≥99.999%。

6 无机类水处理剂

6.1 基体溶液的制备

6.1.1 测量含有砷、镉、铬、铅、镍、铜元素样品制备过程

称取1g液体试样或1g固体试样，精确至0.0002g，置于50mL比色管中，定容至刻度线，固体样品预溶解分散后定容至50mL，取10mL液体样品于10mL消解管加入3~5mL纯硝酸，150℃消解约50min，直至消解完全，转移至10mL比色管用水洗净消解管并定容至刻度线，摇匀。如溶液浑浊或存在悬浮物，应采用0.22μm水相针式滤器（聚醚砜）过滤后待测。

6.1.2 测量含有汞元素样品制备过程

称取1g液体试样或1g固体试样，精确至0.0002g，置于50mL比色管中，定容至刻度线，固体样品预溶解分散后定容至50mL，取10mL液体样品于10mL消解管加入3~5mL（纯硝酸：纯盐酸=1：1），150℃消解约50min，直至消解完全，转移至10mL比色管用水洗净消解管并定容至刻度线，摇匀。如溶液浑浊或存在悬浮物，应采用0.22μm水相针式滤器（聚醚砜）过滤后待测。

6.2 混合标准溶液的制备

6.2.1 混合标准溶液（I）：1mg/L，用移液管准确量取砷、镉、铬、铅、镍、铜及汞标准贮备溶液100μL于10mL比色管中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液保存三个月。

6.2.2 混合标准溶液（II）：100μg/L，用移液管量取1mL混合标准溶液（I）于10mL比色管中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.2.3 混合标准溶液（III）：80μg/L，用移液管量取800μL混合标准溶液（I）于10mL比色管中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.2.4 混合标准溶液（IV）：50μg/L，用移液管量取500μL混合标准溶液（I）于10mL比色管中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.2.5 混合标准溶液（V）：20μg/L，用移液管量取200μL混合标准溶液（I）于10mL比色管中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.2.6 混合标准溶液（VI）：10μg/L，用移液管量取100μL混合标准溶液（I）于10mL比色管中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.2.7 混合标准溶液（VII）：5μg/L，用移液管量取50μL混合标准溶液（I）于10mL比色管中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.2.8 混合标准溶液（VIII）：1 μg/L，用移液管量取 100 μL 混合标准溶液(II)于 10 mL 比色管中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.3 汞单元素标准溶液配制

6.3.1 汞元素标准溶液（I）：10 mg/L，用移液枪准确量取汞标准储备溶液 1 mL 于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀，放置于玻璃管中。此溶液保存二个月。

6.3.2 汞元素标准溶液（II）：1 mg/L，用移液枪量取 1 mL 汞元素标准溶液（I）于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.3.3 汞元素标准溶液（III）：100 μg/L，用移液枪量取 1 mL 汞元素标准溶液(II)于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.3.4 汞元素标准溶液（IV）：80 μg/L，用移液枪量取 800 μL 汞元素标准溶液(II)于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.3.5 汞元素标准溶液（V）：50 μg/L，用移液枪量取 500 μL 汞元素标准溶液(II)于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.3.6 汞元素标准溶液（VI）：20 μg/L，用移液枪量取 200 μL 汞元素标准溶液(II)于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.3.7 汞元素标准溶液（VII）：10 μg/L，用移液枪量取 100 μL 汞元素标准溶液(II)于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.3.8 汞元素标准溶液（VIII）：5 μg/L，用移液枪量取 50 μL 混汞元素标准溶液(II)于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.3.9 汞元素标准溶液（VIII）：1 μg/L，用移液枪量取 100 μL 汞元素标准溶液（III）于 10 mL 比色管中，用稀释液稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.4 测定

依次进样测定，以被测元素校准曲线的质量浓度为横坐标，测得的离子信号强度为纵坐标，绘制校准曲线，校准曲线的相关系数应不小于 0.995。所测得样品溶液离子信号强度对应的横坐标即为样品元素浓度。如果待测元素含量超出校准曲线的范围，可按照产品标准的规定和实际稀释倍数，调整称取试样的质量或者移取试样的体积。如果某个待测元素的浓度超出混合标准溶液的浓度区间，可以采用单元素标准溶液的配制方法，调整标准溶液的加入量，重新配制标准样品溶液。

6.5 结果计算

试样中各元素含量以质量分数 w_1 计，数值以质量百分含量（%）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{\rho_0 V_1 \times 10^{-9}}{m_1 \frac{V_2}{V_3}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_0 ——从校准曲线中查得被测元素浓度的数值，单位为毫克每升（μg/L）；

m_1 ——试样的质量数值，单位为克（g）；

V_1 ——消解定容后样品溶液体积数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=10\text{mL}$ ）；

V_2 ——取样消解时移取试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_2=10\text{mL}$ ）；

V_3 ——试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_3=50\text{mL}$ ）。

结果保留至小数点后两位有效数字。

7 有机类水处理剂

7.1 测量含有砷、镉、铬、铅、镍、铜元素样品制备过程

在50mL消解管中称取1g液体试样或1g固体试样，精确至0.0002g，加入10mL水，将样品预溶解分散。缓慢加入1mL纯硫酸，再加入5mL纯硝酸，加热微沸约30min，直至消解完全。冷却至室温后定容至50mL容量瓶中。对于极难消解的样品，可适当增加硝酸用量和延长消解时间。加热时温度应严格控制在酸的沸点以下，溶液不能沸腾。

也可以采用微波消解或者压力消解罐的方法，并根据相应的方法选取适当的称样量和加酸量。如定容后溶液浑浊或存在悬浮物，应采用滤纸干过滤后备用。

注：样品溶液冷却至室温后，加水不浑浊即为消解完全。

7.2 测量含有汞元素样品制备过程

在50mL消解管中称取1g液体试样或1g固体试样，精确至0.0002g，加入10mL水，将样品预溶解分散。缓慢加入1mL纯硫酸，再加入5mL（纯硝酸：纯盐酸=1：1），加热微沸约30min，直至消解完全。冷却至室温后定容至50mL容量瓶中。对于极难消解的样品，可适当增加硝酸用量和延长消解时间。加热时温度应严格控制在酸的沸点以下，溶液不能沸腾。

也可以采用微波消解或者压力消解罐的方法，并根据相应的方法选取适当的称样量和加酸量。如定容后溶液浑浊或存在悬浮物，应采用滤纸干过滤后备用。

注：样品溶液冷却至室温后，加水不浑浊即为消解完全。

7.3 校准曲线的绘制

根据仪器说明书调节射频功率，冷却气、载气和辅助气流量、蠕动泵速，积分时间，仪器开机点火后需至少稳定15分钟。在仪器的最佳条件下，进行质量校正，测定标准溶液。以标准溶液的质量浓度为横坐标，测得的离子强度信号为纵坐标，绘制校准曲线。相关系数应不小于0.9995。

7.4 试样的测定

试样的测试条件同7.2。每个样品平行测定两次，取平均值。如果待测元素的浓度范围超出校准曲线的范围时，应按照产品标准的规定和实际稀释倍数，调整称取试样的质量或者移取试样的体积。如果单个待测元素的浓度超出混合标准溶液的浓度区间，可以采用单元素标准溶液的配制方法，调整标准溶液的加入量，重新配制标准样品溶液。

7.5 结果计算

试样中各元素含量以质量分数 w_2 计，数值以质量百分含量（%）表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{\rho_1 V_4 \times 10^{-9}}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：
ρ₁——从校准曲线中查得被测元素浓度的数值，单位为毫克每升（μg/L）；
m₂——试样的质量数值，单位为克（g）；
V₄——试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）（V₄=50）；
结果保留至小数点后两位有效数字。

8 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。砷、镉、铬、铅、镍、铜及汞含量平行测定结果的相对差值应满足表1的要求。

表1 各元素含量允差范围

元素含量 元素	相对差值/%	
	0.00025≤w%≤0.005	0.005<w%≤0.1
⁵² Cr	≤8.0	≤5.0
⁵⁸ Ni	≤8.0	≤5.0
⁶³ Cu	≤8.0	≤5.0
⁷⁵ As	≤8.0	≤5.0
¹¹⁴ Cd	≤8.0	≤5.0
²⁰⁸ Pb	≤8.0	≤5.0
²⁰² Hg	≤8.0	≤5.0

9 安全事项

- 9.1 仪器的燃烧器上方要安装排风装置。
- 9.2 定期检查气体管路，防止气体泄漏，严格遵守有关操作规程。
- 9.3 氩气为惰性气体，使用时注意通风，防止窒息，按照高压钢瓶安全操作规定使用高压氩气钢瓶。

附 录 A
(规范性附录)

A. 1 检出限

表1各元素检测限

元素	检测限 (μg/L)
⁵² Cr	0.0347
⁵⁸ Ni	0.135
⁶³ Cu	0.2951
⁷⁵ As	0.0361
¹¹⁴ Cd	0.0031
²⁰⁸ Pb	0.0729
²⁰² Hg	0.0024

A. 2 多原子离子的干扰

表2 元素干扰校正

元素	公式
⁵² Cr	
⁵⁸ Ni	$-0.00305277 \times ^{56}\text{Fe}$
⁶³ Cu	
⁷⁵ As	
¹¹⁴ Cd	$-0.0268373 \times ^{118}\text{Sn}$
²⁰⁸ Pb	
²⁰² Hg	

A. 3 稳定性

在不少于2h内，间隔15min以上，重复6次测量标准溶液，计算6次测量值的相对标准偏差，其相对标准偏差小于2.0%。

A.4 校准曲线的线性

校准曲线的线性通过计算相关系数进行检查，相关系数R必须不小于0.995。
