



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.29—2010

---

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 29: Determination of 22 elements including rare earth elements

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

## 前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钨量测定；
- 第 27 部分：镍量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 29 部分。

本部分的附录 A 为规范性附录，附录 B、附录 C 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：李冰、杨红霞、刘威。

# 硅酸盐岩石化学分析方法

## 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定

**警示**——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任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

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中稀土等 22 个元素量的过氧化钠熔样-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中锰、钴、钇、锆、铈、钡、镧、铀、钨、钼、钽、钨、钽、钨、钽、钨、钽、钨、钽、钨、钽等 22 个元素量的测定，也适用于土壤、沉积物样品中上述元素量的测定。

测定范围：见附录 A。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分：吸附水量测定

### 3 原理

采用过氧化钠熔融法分解样品，被测元素在碱性介质中随基体元素一起沉淀，通过过滤分离掉大量熔剂，再将沉淀用酸溶解，用 ICP-MS 直接测定。

### 4 试剂和溶液

4.1 水，蒸馏水经离子交换纯化系统纯化。

4.2 过氧化钠，分析纯或优级纯。

4.3 氢氧化钠，优级纯或高纯。用水(4.1)制备成 20 mg/mL NaOH 溶液，备用。

4.4 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)，优级纯或高纯，经亚沸蒸馏纯化后使用。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 氢氟酸( $\rho$ 1.16 g/mL)，优级纯或高纯，经亚沸蒸馏纯化后使用。**警示**——氢氟酸有毒，并有腐蚀性，操作时戴手套，防止皮肤接触。

4.7 单元素标准储备液：具体配制参见附录 B。

4.8 多元素混合标准储备溶液

直接分取单元素标准储备溶液(4.7)配制以下多元素混合标准储备溶液，也可用市售多元素混合标准储备溶液进行稀释得到(见表 1)。

注：制备多元素标准储备溶液时注意元素间的相容性和稳定性。元素的原始标准储备溶液进行检查以避免杂质影响标准的准确度。新配好的标准溶液转移至经过酸洗的、未用过的聚丙烯瓶中保存，并定期检查其稳定性。

表 1 多元素混合标准储备溶液

混合标准储备溶液编号	元 素	元素浓度/ ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	溶液介质
混标 1	La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, Y	20	3 mol/L 硝酸
混标 2	Mn, Co, Ba	20	3 mol/L 硝酸
混标 3	Nb, Ta, Zr, Hf	20	6 mol/L 硝酸, 50 g/L 酒石酸, 几滴氢氟酸

#### 4.9 校准标准溶液制备

用多元素混合标准储备溶液(4.8)分别稀释制备校准标准溶液:取 100  $\mu\text{L}$  多元素混合标准储备溶液(4.8)至 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.4),用水(4.1)稀释至刻度,摇匀。校准标准溶液 3 现用现配且补加 0.1 mL 氢氟酸(4.6)。

#### 4.10 内标溶液

直接分取铈和铈单元素标准储备溶液(4.7)配制内标元素混合溶液,铈和铈含量各为 10 ng/mL。

#### 4.11 空白溶液

- a) 校准空白溶液:硝酸溶液(5+95);
- b) 清洗空白溶液:硝酸溶液(2+98)。

#### 4.12 单元素干扰溶液

分别配制钡、铈、镨、钆、铈、锡(浓度各为 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )单元素干扰溶液,用以求干扰系数  $k$ 。

### 5 仪器和设备

#### 5.1 电感耦合等离子体质谱仪:

- a) 仪器能对 5 u~250 u 质量范围内进行扫描,最小分辨率为在 5%峰高处 1 u 峰宽,以四极杆电感耦合等离子体质谱仪为例的工作参数见附录 C;
- b) 氩气:高纯级(氩质量分数 $\geq 99.99\%$ )。

5.2 热解石墨坩埚:容积为 30 mL。

5.3 瓷坩埚:容积为 50 mL。

5.4 马弗炉:最高温度 1 100  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 温控式电热板:最高温度为 250  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.6 分析天平:二级,感量 0.01 mg。

5.7 排气式移液器:规格分别为 10  $\mu\text{L}$ ~100  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ ~1 000  $\mu\text{L}$ 、1 mL~5 mL。

5.8 滤纸:定量慢速致密滤纸, $\phi 11.0$  cm。

### 6 试样

6.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。

6.2 试样应在 105  $^{\circ}\text{C}$  预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。

6.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样,在称样的同时,按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

### 7 分析步骤

#### 7.1 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂取自同一瓶,加入同等的量。

## 7.2 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

## 7.3 试料分解

7.3.1 准确称取 100 mg(精确至 0.01 mg)试料于热解石墨坩埚(5.2)中。加 1 g 过氧化钠(4.2),混匀。再加 0.5 g 过氧化钠(4.2)覆盖。

7.3.2 将热解石墨坩埚(5.2)放在瓷坩埚(5.3)中,盖盖,放入已升温至 700 ℃的马弗炉(5.4)中加热至样品呈熔融状,取出。

7.3.3 石墨坩埚冷却后,将其放入装有大约 80 mL 沸水(4.1)的烧杯中,在电热板上加热至熔融物完全溶解。洗出石墨坩埚,玻璃烧杯盖上表面皿,放置过夜。

7.3.4 提取液用滤纸(5.8)过滤。用氢氧化钠溶液(4.3)冲洗烧杯和沉淀,弃去滤液。

7.3.5 用热硝酸(4.5)溶解沉淀,冷却后用硝酸(4.5)稀释至 25 mL。

7.3.6 取其中的 1 mL 溶液用水(4.1)稀释至 10 mL,该溶液直接用于 ICP-MS 测定。

## 7.4 测定

7.4.1 按照仪器操作说明书规定条件启动仪器。选择分析同位素和内标元素,见附录 A,编制样品分析表。

7.4.2 调谐:仪器点燃后至少稳定 30 min,期间用含 1 ng/mL 铍、钴、铜、铈、铀的调谐溶液进行仪器参数最佳化调试。在测定过程中通过三通在线引入内标元素混合溶液(4.10)。

7.4.3 校准:以校准空白溶液[4.11a)]为零点,一个或多个浓度水平的校准标准(4.9)建立校准曲线。校准数据采集至少 3 次,取其平均值。

7.4.4 每批样品测定时,同时测定实验室试剂空白溶液(7.1)。

7.4.5 每批测定同时分析单元素干扰溶液(4.12),以获得干扰系数  $k$  并进行干扰校正。

7.4.6 样品测定中间用清洗空白溶液[4.11b)]清洗系统。

## 8 结果计算

### 8.1 分析结果的计算

按式(1)计算固体样品中待测物的量。

$$w(B) = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w(B)$ ——样品中待测物 B 的量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );

$\rho$ ——测定溶液中待测物浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$ ——实验室试剂空白溶液中待测物浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$ ——测定溶液体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——被称取样品的质量,单位为克(g)。

### 8.2 干扰校正

干扰系数  $k$  由式(2)计算。

$$k = \rho_{\text{eq}} / \rho_{\text{in}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\rho_{\text{eq}}$ ——干扰物标准溶液测得的相当分析物的等效浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_{\text{in}}$ ——干扰元素标准溶液的已知浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )。

被分析物的真实浓度  $\rho_{\text{tr}}$  由式(3)求出。

$$\rho_{\text{tr}} = \rho_{\text{gr}} - k\rho_{\text{in}} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

$\rho_{tr}$ ——扣除干扰后的真实浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$\rho_{gr}$ ——被分析物存在干扰时测得的总浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )；

$k$ ——干扰系数；

$\rho_{in}$ ——被测样品溶液中干扰物的实测浓度，单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ )。

### 9 精密度

选择7个不同类型、不同含量范围的地球化学样品，在5个地质实验室进行了方法精密度实验。表2是5家实验室对7个含量水平样品测定3次结果统计得到的重复性和再现性数据。

表2 精密度表

单位为微克每克

元素	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Mn	109~1 169	$r=9.223\ 3+0.144\ 9m$	$R=0.389\ 4m^{0.980\ 1}$
Co	2.4~40	$r=0.406\ 8m^{0.602\ 1}$	$R=0.355\ 8m^{0.895\ 6}$
Y	3.3~48.8	$r=0.147\ 6m^{1.010\ 2}$	$R=0.217\ 3m^{0.917\ 5}$
Zr	21~369	$r=1.016\ 7m^{0.675\ 3}$	$R=0.608\ 4m^{0.852\ 8}$
Nb	1.9~66.3	$r=0.417\ 2m^{0.828\ 3}$	$R=1.002\ 3m^{0.673\ 1}$
Ba	31~846	$r=6.032\ 5m^{0.432\ 9}$	$R=15.962\ 5m^{0.302\ 7}$
La	4.8~68	$r=0.858\ 4m^{0.527}$	$R=1.187\ 7m^{0.463\ 7}$
Ce	8.7~142	$r=1.230\ 6m^{0.513\ 5}$	$R=3.244\ 1m^{0.287\ 4}$
Pr	1.2~13.8	$r=0.483\ 6m^{0.282}$	$R=0.472\ 6m^{0.406\ 9}$
Nd	3.9~47	$r=0.868\ 8m^{0.384\ 1}$	$R=1.261\ 6+0.115\ 5m$
Sm	0.8~8.8	$r=0.205\ 7m^{0.607\ 2}$	$R=0.213\ 0m^{0.818}$
Eu	0.17~2.7	$r=0.029\ 1+0.080m$	$R=0.183\ 3m^{0.685\ 4}$
Gd	0.67~7.7	$r=0.190\ 9m^{0.557\ 4}$	$R=0.304\ 6m^{0.422\ 5}$
Tb	0.11~1.3	$r=0.156\ 1m^{0.772\ 7}$	$R=0.222\ 1m^{0.969\ 8}$
Dy	0.54~8.1	$r=0.123\ 0m^{0.942\ 9}$	$R=0.128\ 1m^{1.130\ 2}$
Ho	0.10~1.8	$r=0.119\ 0m^{0.742\ 8}$	$R=0.144\ 4m^{0.771\ 8}$
Er	0.34~5.8	$r=0.127\ 8m^{0.907}$	$R=0.133\ 2m^{0.928\ 3}$
Tm	0.053~1.1	$r=0.109\ 8m^{0.589\ 6}$	$R=0.177\ 2m^{0.807\ 7}$
Yb	0.3~7.7	$r=0.132\ 7m^{0.910\ 3}$	$R=0.140\ 8m^{1.102\ 6}$
Lu	0.046~1.1	$r=0.127\ 7m^{0.777}$	$R=0.155\ 2m^{0.882\ 7}$
Hf	0.534~14.8	$r=0.294\ 3m^{0.792\ 7}$	$R=0.447\ 1m^{0.720\ 9}$
Ta	0.12~10.4	$r=0.233\ 9m^{0.776}$	$R=0.319\ 9m^{0.748\ 5}$

注：表中  $m$  为  $n$  次测量含量平均值。

## 附录 A

(规范性附录)

## 分析同位素、方法检出限和测定范围

本部分测定元素的分析同位素、内标、方法检出限及测定范围见表 A.1。

表 A.1 分析同位素、方法检出限和测定范围

分析同位素	内标	方法检出限 <sup>a</sup> / ( $\mu\text{g/g}$ )	测定范围/ ( $\mu\text{g/g}$ )	干扰校正公式	干扰注释 <sup>b</sup>	监测同位素
<sup>55</sup> Mn	<sup>103</sup> Rh	4.0	4.0~5 000			
<sup>59</sup> Co	<sup>103</sup> Rh	0.2	0.2~500			
<sup>89</sup> Y	<sup>103</sup> Rh	0.03	0.03~100			
<sup>90</sup> Zr	<sup>103</sup> Rh	5.0	5.0~2 000			
<sup>93</sup> Nb	<sup>103</sup> Rh	0.2	0.2~200			
<sup>135</sup> Ba	<sup>103</sup> Rh	5.0	5.0~2 000		<sup>119</sup> Sn <sup>16</sup> O	<sup>119</sup> Sn
<sup>139</sup> La	<sup>185</sup> Re	0.05	0.05~500			
<sup>140</sup> Ce	<sup>185</sup> Re	0.05	0.05~500			
<sup>141</sup> Pr	<sup>185</sup> Re	0.01	0.01~100			
<sup>146</sup> Nd	<sup>185</sup> Re	0.05	0.05~100			
<sup>147</sup> Sm	<sup>185</sup> Re	0.02	0.02~50			
<sup>153</sup> Eu	<sup>185</sup> Re	0.01	0.01~50		<sup>137</sup> Ba <sup>16</sup> O	<sup>137</sup> Ba
<sup>157</sup> Gd	<sup>185</sup> Re	0.05	0.05~50		<sup>140</sup> Ce <sup>16</sup> O <sup>1</sup> H, <sup>141</sup> Pr <sup>16</sup> O	<sup>140</sup> Ce, <sup>141</sup> Pr
<sup>159</sup> Tb	<sup>185</sup> Re	0.03	0.03~50	$-1.47 \times [^{161}\text{Dy} - 0.76 \times ^{163}\text{Dy}]$	<sup>143</sup> Nd <sup>16</sup> O	<sup>161</sup> Dy, <sup>163</sup> Dy
<sup>163</sup> Dy	<sup>185</sup> Re	0.02	0.02~50			
<sup>165</sup> Ho	<sup>185</sup> Re	0.03	0.03~50			
<sup>166</sup> Er	<sup>185</sup> Re	0.01	0.01~50			
<sup>169</sup> Tm	<sup>185</sup> Re	0.03	0.03~50			
<sup>172</sup> Yb	<sup>185</sup> Re	0.01	0.01~50			
<sup>175</sup> Lu	<sup>185</sup> Re	0.02	0.02~50			
<sup>178</sup> Hf	<sup>185</sup> Re	0.5	0.5~100			
<sup>181</sup> Ta	<sup>185</sup> Re	0.05	0.05~200			

a 方法检出限是用实验室试剂空白的 10 次测定结果的 10 倍标准偏差计算求得,稀释倍数为 2 000。所列检出限是在附录 C 所列仪器条件下测定。

b 干扰注释栏中的多原子离子干扰需采用求干扰系数的方法进行校正。

## 附录 B

### (资料性附录)

#### 单元素标准储备溶液的配制

##### B.1 镧标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.117 3 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镧( $\text{La}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,用水润湿,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### B.2 铈标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.122 8 g 经 850 °C 灼烧过的高纯二氧化铈( $\text{CeO}_2$ ),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),并缓慢加入 2 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### B.3 镨标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.120 8 g 高纯氧化镨( $\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### B.4 钕标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.116 6 g 高纯三氧化二钕( $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 40 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### B.5 钐标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.116 0 g 高纯三氧化二钐( $\text{Sm}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### B.6 铕标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.115 8 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二铕( $\text{Eu}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### B.7 钆标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.115 3 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二钆( $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### B.8 铽标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.117 6 g 经 850 °C 灼烧过的高纯氧化铽( $\text{Tb}_4\text{O}_7$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### B.9 镝标准溶液(1.000 mg/mL)

准确称取 0.114 8 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二镝( $\text{Dy}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。



**B.10 钪标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.114 6 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二钪( $\text{Ho}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.11 铒标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.114 4 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二铒( $\text{Er}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入盐酸(1+1) 40 mL,低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.12 铥标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.114 2 g 经 850 °C 灼烧过的光谱纯三氧化二铥( $\text{Tm}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.13 镱标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.113 9 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镱( $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.14 镱标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.113 7 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镱( $\text{Lu}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 30 mL 王水(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.15 钇标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.127 0 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二钇( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.16 锰标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.347 1 g 光谱纯四氧化三锰( $\text{Mn}_3\text{O}_4$ ),置于烧杯中,加入 25 mL 浓盐酸,加热溶解。冷却后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.17 钴标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.140 7 g 高纯三氧化二钴( $\text{Co}_2\text{O}_3$ ),置于烧杯中,加入 40 mL 盐酸(1+1),低温加热至全溶。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.18 钡标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.143 7 g 经 105 °C 干燥 2 h 的高纯碳酸钡( $\text{BaCO}_3$ ),置于烧杯中,加入水及 20 mL 硝酸(1+1),加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.19 锆标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.135 1 g 高纯二氧化锆( $\text{ZrO}_2$ ),置于聚四氟乙烯坩埚中,加入 5 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖,加热至溶解后,移去坩埚盖冒烟至坩埚内溶液为 0.5 mL 左右,加入 20 mL 硝酸(1+1),冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即转移至 100 mL 塑料瓶中保存。

**B.20 铌标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.143 0 g 光谱纯五氧化二铌( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ),置于聚四氟乙烯坩埚中,用水润湿。加入 5 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖,在低温电热板上加热至溶解。移去坩埚盖冒烟至约 0.5 mL,加 10 mL 浓盐酸及少量水。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即转移至 100 mL 塑料瓶中保存。

**B.21 铪标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.117 9 g 光谱纯三氧化二铪( $\text{Hf}_2\text{O}_3$ ),置于聚四氟乙烯塑料坩埚中,以水润湿。加入 5.0 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖在电热板上低温加热至完全溶解。打开坩埚盖蒸发至约 0.5 mL,加 10 mL 盐酸及少量水。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即移入塑料瓶中保存。

**B.22 钽标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.100 0 g 高纯金属钽(Ta),置于塑料坩埚中,加入 2 mL~3 mL 氢氟酸,盖上坩埚盖在电热板上低温加热至完全溶解。打开坩埚盖蒸发至约 0.5 mL,加入 10 mL 盐酸。冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。摇匀后立即移入塑料瓶中保存。

**B.23 铑标准溶液(0.1 mg/mL)**

准确称取 0.038 6 g 光谱纯氯铑酸铵 $[(\text{NH}_4)_3\text{RhCl}_6 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}]$ ,置于烧杯中,加入 10 mL 盐酸和少量氯化钠溶解。移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+9)稀释至刻度,摇匀。

**B.24 铼标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 1.440 6 g 高纯铼酸铵( $\text{NH}_4\text{ReO}_4$ ),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

**B.25 锡标准溶液(1.000 mg/mL)**

准确称取 0.100 0 g 分析纯金属锡(Sn),置于烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),低温加热至溶解。冷却后移入 100 mL 容量瓶,用盐酸(1+1)稀释至刻度,摇匀。

附 录 C  
(资料性附录)

电感耦合等离子体质谱仪工作参考条件

以某四极杆电感耦合等离子体质谱仪为例的工作参数见表 C.1。

表 C.1 电感耦合等离子体质谱仪工作参考条件

参 数	设定值	参 数	设定值
ICP 功率/W	1 350	跳峰	3 点/质量
冷却气流量/(L/min)	13.0	停留时间	10 ms/点
辅助气流量/(L/min)	0.7	扫描次数	40 次
雾化气流量/(L/min)	1.0	测量时间	60 s
取样锥孔径/mm	1.0		
截取锥孔径/mm	0.7		

参 考 文 献

- [1] EPA Method 200.8 Revision 5.4(1994)
- [2] 王蕾,何红蓼,李冰. 碱熔沉淀-等离子体质谱法测定地质样品中的多元素[J]. 岩矿测试, 2003,22(2):86-92.
- [3] 李冰,杨红霞. 电感耦合等离子体质谱原理和应用. 北京:地质出版社,2005.
-