

# DB63

## 青海省地方标准

DB63/T 1849—2020

---

### 卤水中锂的测定 电感耦合等离子体质谱法

2020 - 11 - 12 发布

2020 - 12 - 31 实施

青海省市场监督管理局

发 布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2020给出的规则编写。

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、刘氐、朱琳、李国良、杜作朋、魏振宏、陶丽萍、王婷、崔丽君、吕大勇。

本标准由青海省自然资源厅监督实施。

## 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

本标准规定了电感耦合等离子体质谱法测定卤水中锂的原理、试剂和材料、仪器和设备、试样、分析步骤、数据处理、质量控制及废物处理的要求。

本标准适用于卤水中锂的测定。

测定范围为0.32 mg/L~5000 mg/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 0130.6-2006 地质矿产实验室测试质量管理规范 第6部分：水样分析

### 3 术语和定义

本文件中没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

试样稀释后，采用电感耦合等离子体质谱仪进行检测，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。

### 5 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  $\mu\text{g/mL}$ ）。

6 仪器和设备

实验中涉及到的主要仪器和条件如下。

- a) 电感耦合等离子体质谱仪，测试条件参见附录 A；
- b) 分析天平(感量 0.1 mg)。

7 试样

试样保存在密封的塑料容器中。

8 分析步骤

8.1 样品前处理

试样用（5+95）硝酸适当稀释，宜控制稀释后试液的总盐量小于1 g/L。

8.2 系列标准溶液配置和标准曲线绘制

按表1用（5+95）硝酸逐级稀释锂标准溶液，按附录A拟定的工作条件进行测定，绘制标准曲线。

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   |

8.3 测定

测定前，采用内标法进行校正，选（ $\rho(^{103}\text{Rh})=10\text{ ng/mL}$ ）为测定的内标元素。内标元素溶液和样品溶液经蠕动泵管混匀后，经雾化后进入等离子炬焰中，进行测定。

9 数据处理

根据被测样品信号强度，在标准曲线上计算出锂元素的质量浓度  $\rho$ （mg/L）。分析结果按GB/T 8170 的规定进行数值修约。

10 质量控制

10.1 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：

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

..... (1)

10.2 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：

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

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 0130.6-2006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；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

11 空白试验

应随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取同一批试剂，加入同等的量。

12 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：1150 W；
  - 冷却气流量：15 L/min；
  - 蠕动泵转速：24 r/min；
  - 室温：20 ℃±3 ℃；
  - 采样锥孔径：1.1 mm；
  - 雾化器流量：0.72 L/min；
  - 辅助气流量：1.2 L/min；
  - 进样冲洗时间：20 s；
  - 截取锥孔径：0.9 mm；
  - 停留时间：30 ms/点；
  - 扫描方式：跳峰。
-