

### 人造纳米金刚石中铁、镁、锰、铜、钙、铝 的化学分析方法 电感耦合等离子体发射 光谱法

Methods for chemical analysis of iron, magnesium, manganese, copper, calcium and  
aluminum in artificial nano-diamonds - Inductively coupled and plasma emission  
spectroscopy

2017 - 12 - 18 发布

2018 - 3 - 1 实施

目 次

前言 ..... II

1 范围 ..... 1

2 规范性引用文件 ..... 1

3 原理 ..... 1

4 试剂和仪器 ..... 1

    4.1 试剂 ..... 1

    4.2 仪器及条件 ..... 2

5 试样 ..... 2

6 试验方法 ..... 2

    6.1 试样处理 ..... 2

    6.2 试样测定 ..... 3

    6.3 空白试样测定 ..... 3

7 结果计算 ..... 3

8 质量保证与控制 ..... 3

    8.1 精密度 ..... 3

9 注意事项 ..... 4

    9.1 废液处理 ..... 4

    9.2 实验器具处理 ..... 4

附录 A（资料性附录） 仪器测试条件..... 5

附录 B（资料性附录） 各元素推荐测定谱线..... 6

## 前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009的规则编写。

本标准由青海省地质矿产测试应用中心提出。

本标准由青海省国土资源厅归口。

本标准起草单位：青海省地质矿产测试应用中心、青海省地质勘查开发局。

本标准主要起草人：石华、刘炆、陶丽萍、魏振宏、赵呈祥、赵玉卿、赵呈祥、谢海东、薛福林。

# 人造纳米金刚石中铁、镁、锰、铜、钙、铝的化学分析方法

## 电感耦合等离子体发射光谱法

### 1 范围

本标准规定了人造纳米金刚石产品中铁、镁、锰、铜、钙、铝的测定方法的原理、试剂和仪器、试样制备、试验方法等技术内容。

测定范围为  $\omega(\text{Fe})/\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ : 45-2500;  $\omega(\text{Mg})/\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ : 18-2500;  $\omega(\text{Mn})/\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ : 9-125;  $\omega(\text{Cu})/\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ : 9-125;  $\omega(\text{Ca})/\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ : 54-2500;  $\omega(\text{Al})/\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ : 72-2500。

### 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696: 1987, MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 原理

试样经灼烧酸处理后，由电感耦合等离子体发射光谱仪测定，待测元素在等离子体火炬中经电离、激发并辐射出特征谱线。特征光谱的强度与试样中待测元素的浓度在一定范围内呈线性关系而进行定量分析。

### 4 试剂和仪器

#### 4.1 试剂

本标准所用试剂和水均指优级纯试剂和GB/T 6682规定的一级水，实验中所用杂质标准溶液、试剂及制品，在没有注明其它要求时，均按GB/T 602之规定制备，所使用的主要试剂如下：

- 高纯氩气：氩气含量 $\geq 99.999\%$ ；
- 浓硝酸： $\rho(\text{HNO}_3)=1.42\text{ g/mL}$ ，优级纯；
- 浓盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.19\text{ g/mL}$ ，优级纯；
- 氢氟酸： $\rho(\text{HF})=1.49\text{ g/mL}$ ，优级纯；
- 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4)=1.76\text{ g/mL}$ ，优级纯；
- 铁标准溶液（ $1000\mu\text{g/mL}$ ）：GSB04-1726-2004；
- 锰标准溶液（ $1000\mu\text{g/mL}$ ）：GSB04-1736-2004；
- 钙标准溶液（ $1000\mu\text{g/mL}$ ）：GSB04-1720-2004；
- 镁标准溶液（ $1000\mu\text{g/mL}$ ）：GSB04-1735-2004；

- j) 铜标准溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$ ) : GSB04-1725-2004;
- k) 铝标准溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$ ) : GSB04-1713-2004。

4.2 仪器及条件

实验中涉及到的主要仪器和条件如下: (未提到的参见附录A)

- a) 电感耦合等离子体发射光谱仪;
- b) 天平, 感量 0.1mg;
- c) 温控电热板。

5 试样

试样用玛瑙球磨研磨后通过0.074mm孔径塞。

6 试验方法

6.1 试样处理

6.1.1 样品前处理

称取1.000g样品放置在瓷坩埚中, 把瓷坩埚放入马弗炉中, 从低温升至 $820\pm 20^{\circ}\text{C}$ , 保持2小时, 取下冷却后将试样转移到聚四氟乙烯坩埚中, 加入5mL 氢氟酸和5mL 硝酸和1mL高氯酸在控温 $150^{\circ}\text{C}$ 电热板上2小时, 升温到 $250^{\circ}\text{C}$ , 待高氯酸白烟冒尽, 取下冷却, 加入1+1王水5mL微热提取, 把溶液移入25mL容量瓶中, 定容(A溶液), 用于测定Fe、Ca、Mg、Mn、Cu; 取5mL A 溶液定容至50mL, 用于测定Al (B溶液)。

6.1.2 空白试样制备

进行空白试样的制备按照本标准6.1.1制备。

6.1.3 系列标准溶液制备

按表1规定将各元素标准溶液分别移入100mL的容量瓶中, 用水稀释定容至刻度, 混匀。

表1 标准工作溶液

| 表A.1 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 |
|-------------------------|------|------|------|------|------|------|
| 铁/ ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.00 | 100  | 20.0 | 50.0 | 75.0 | 10   |
| 锰/ ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.00 | 0.1  | 0.5  | 1.0  | 2.5  | 5.0  |
| 钙/ ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.00 | 10.0 | 75.0 | 50.0 | 20.0 | 100  |
| 镁/ ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.00 | 10.0 | 100  | 50.0 | 75.0 | 20.0 |
| 铜/ ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.00 | 0.1  | 0.5  | 1.0  | 2.5  | 5.0  |
| 铝/ ( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0.00 | 10.0 | 20.0 | 50.0 | 75.0 | 100  |

测定前，根据待测元素性能和仪器性能，进行氩气流量、射频发生器功率等测量条件优化，在相应波长处测定各种标准溶液的辐射强度，以质量浓度（μg/mL）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

### 6.2 试样测定

试样溶液在与标准溶液相同的条件下测定各元素辐射强度，在工作曲线上查出相应元素的质量浓度 ρ（μg/mL）。

### 6.3 空白试样测定

空白试样的测定按照本标准6.2测定。

## 7 结果计算

人造纳米金刚石中元素的含量 ω（ug/g）按照公式（1）计算，结果数字修约规则按照GB/T 8170 规定执行。

$$\omega = \frac{\rho_1 - \rho_0}{m} \times V \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω 一人造纳米金刚石中各元素含量，ug/g；
- ρ<sub>1</sub> —由校准曲线查得测定试样中元素的浓度，mg/L；
- ρ<sub>0</sub> —空白试样的浓度，mg/L；
- m 一称取试样的质量，g；
- V 一试样的定容体积，mL。

## 8 质量保证与控制

### 8.1 精密度

#### 8.1.1 平行样控制与空白试验

每件样品全部进行平行样，每个批次要求加入不少于两个空白样品。

#### 8.1.2 实验室内部质量控制

Cu和Mn实验室内部平行样偏差允许限为10%；Ca、Mg、Al、Fe对含量小于500μg/g规定实验室内部重复样偏差允许限为10%；对含量大于500μg/g实验室内部重复样偏差允许限为5%。

#### 8.1.3 实验室间质量控制

Cu和Mn实验室间再现限偏差允许限为15%；Ca、Mg、Al、Fe对含量小于500μg/g规定实验室间再现限偏差允许限为15%；对含量大于500μg/g实验室间再现限偏差允许限为10%。

## 9 注意事项

### 9.1 废液处理

实验中产生的废渣和废液应分类收集和保管，并送具有资质的单位无害化处理。

### 9.2 实验器具处理

实验室使用的坩埚和玻璃容器均需用(1+1)王水浸泡12h以上，用自来水和实验用水依次冲洗干净，置于干净的环境中晾干。

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发射光谱仪进行测定分析，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：

- 光源：氩等离子体光源，射频功率 1150W；
- 氩气压力：0.6~0.8Mpa；
- 泵速：每分钟 50 转；
- 室温：20℃±3℃；
- 辅助气体流量：0.2L/min；
- 雾化器流量：0.8L/min；
- 观测高度：14cm。

选用标准曲线法，选择仪器测定参数中的“线性，计算截距”选项。

附 录 B  
(资料性附录)  
各元素推荐测定谱线

实验中ICP-AES采用的分析谱线推荐如表B. 1，各不同型号的仪器可以根据各自仪器的情况选择。

表 B. 1 各元素测定波长

| 元素     | 波长/nm                     |
|--------|---------------------------|
| 铁 (Fe) | 259.940 (140)             |
| 锰 (Mn) | 259.373 (130)             |
| 钙 (Ca) | 317.933 (106)             |
| 镁 (Mg) | 285.213 (118)             |
| 铜 (Cu) | 324.754 (106)             |
| 铝 (Al) | 309.271 (109) /396. (152) |