

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 43861—2024

## 微波等离子体原子发射光谱方法通则

General rules for microwave plasma atomic emission spectrometry

2024-04-25 发布

2024-04-25 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2006-1608 购买单位: TC 481

TC 481 专用

# 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 方法原理 .....	1
5 试剂和材料 .....	2
6 仪器组成 .....	3
7 样品处理 .....	3
8 分析步骤及方法 .....	3
9 结果报告 .....	7
10 安全注意事项 .....	8
附录 A (资料性) 待测元素分析谱线波长表 .....	9

TC 481 专用

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2006-1608 购买单位: TC 481

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2006-1608 购买单位: TC 481

TC 481 专用

## 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。

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。

本文件由中华人民共和国科学技术部提出。

本文件由全国仪器分析测试标准化技术委员会(SAC/TC 481)归口。

本文件起草单位：广东省科学院测试分析研究所(中国广州分析测试中心)、钢研纳克检测技术股份有限公司、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、浙江全世科技有限公司、广州伊创科技股份有限公司、北京市科学技术研究院分析测试研究所(北京市理化分析测试中心)、清华大学。

本文件主要起草人：郭鹏然、李宏伟、毛雪飞、金伟、王加勇、汪雨、宋玉梅、潘佳钊、邢志、赵英飞、程斌、刘聪、陈挺、李雪、周漪波、范博文。

TC 481

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2006-1608 购买单位: TC 481

TC 481 专用

# 微波等离子体原子发射光谱方法通则

## 1 范围

本文件确立了采用微波等离子体原子发射光谱仪对样品中金属和部分非金属元素进行定性和定量分析的通用规则。

本文件适用于采用微波等离子体原子发射光谱仪以液体进样方式对样品中常量至痕量金属和部分非金属元素的定性、定量分析。

本文件不适用于固体直接进样方式。

## 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 622 化学试剂 盐酸
- GB/T 626 化学试剂 硝酸
- GB/T 4842 氩
- GB/T 4844 纯氮、高纯氮和超纯氮
- GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮
- GB/T 13966 分析仪器术语
- GB/T 23942—2009 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则
- GB/T 27417—2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南
- JY/T 0567—2020 电感耦合等离子体发射光谱分析方法通则

## 3 术语和定义

GB/T 6379.1、GB/T 13966、GB/T 23942—2009 和 JY/T 0567—2020 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**微波等离子体 microwave plasma**

通过微波能量耦合形成的激发等离子体光源。

## 4 方法原理

试样经雾化系统雾化后形成气溶胶,由载气(氮气或氦气或氩气)带入微波等离子体中,在高温稳定气氛中被充分蒸发、原子化、激发和电离。被测元素的原子或离子被激发时,电子在原子内不同能级间

跃迁,当由高能态向低能态跃迁时产生特征辐射,通过测定这种特征辐射的波长及其相对强度,可对各元素进行定性或定量分析。

## 5 试剂和材料

### 5.1 氩气

应符合 GB/T 4842 的要求,体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

### 5.2 氦气

应符合 GB/T 4844 的要求,体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

### 5.3 氮气

应符合 GB/T 8979 的要求,体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

### 5.4 水

实验用水应符合 GB/T 6682 要求的二级水规格;进行痕量元素分析时,实验用水应符合 GB/T 6682 要求的一级水规格。

### 5.5 盐酸

应符合 GB/T 622 要求的优级纯或优级纯以上规格,或经亚沸蒸馏制备。

### 5.6 硝酸

应符合 GB/T 626 要求的优级纯或优级纯以上规格,或经亚沸蒸馏制备。

### 5.7 标准溶液

#### 5.7.1 标准储备溶液

##### 5.7.1.1 单元素标准储备溶液

应使用单元素溶液有证标准物质/有证标准样品(质量浓度为  $1\ 000\ \mu\text{g}/\text{mL}$  或  $100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ )。

单元素标准储备溶液也可使用高纯度的金属(质量分数 $\geq 99.99\%$ )、氧化物或盐类(基准或高纯试剂)按 GB/T 602 配制。

##### 5.7.1.2 多元素标准储备溶液

应使用多元素溶液有证标准物质/有证标准样品,也可通过单元素标准储备溶液(5.7.1.1)混合配制。

注意在用单元素标准储备溶液混合配制时要考虑溶液中阴离子的影响,避免生成难溶、微溶物质。

#### 5.7.2 标准系列溶液

将单元素标准储备溶液(5.7.1.1)或多元素标准储备溶液(5.7.1.2)稀释成不同质量浓度的标准系列溶液,最终溶液中含体积分数为  $1\% \sim 5\%$  的盐酸或硝酸。

## 6 仪器组成

微波等离子体原子发射光谱仪由进样系统、激发源、分光系统、检测系统和数据处理系统组成。

## 7 样品处理

### 7.1 液体样品

根据液体样品特性和仪器测量特点,可直接进样测定或采用稀释、浓缩富集、过滤酸化、消解(湿法消解、干法灰化或微波消解)等方法处理后进行测定。

### 7.2 固体样品

7.2.1 测定可溶出元素含量的固体样品,应采用适量体积的溶剂进行浸泡或提取处理后,取上清液按 7.1 进行分析测定。

7.2.2 测定元素总含量的固体样品,应采用适当方法(如湿法消解、干法灰化或微波消解等)消解处理后进行分析。取样量的大小应根据分析方法的精密度和分析结果的准确度要求确定。

### 7.3 气体样品

气体样品可选用吸收液或气体采样滤膜对其待测元素进行吸收或富集,吸收液或滤膜按 7.1 和 7.2 进行分析测定。

### 7.4 全程序空白试样

应与样品处理过程完全一致,采用相同试剂、相同体积、相同的处理步骤。

## 8 分析步骤及方法

### 8.1 分析条件选择

仪器达到稳定状态后,在样品分析前,应建立与待测分析样品相适应的分析方法。根据分析需求选择气体流量、蠕动泵转速(或样品提升时间)、分析元素、元素分析谱线、积分时间、背景扣除方式及干扰系数等参数。选择的原则是保证同时测量的大多数元素信号强、精密度高、干扰少。可按仪器说明书要求进行仪器信背比试验或方法检出限试验,以确定仪器的最佳工作条件。待测元素分析谱线采用仪器自带的谱线库推荐的谱线选定或参见附录 A 所列谱线选定适合的谱线。

### 8.2 干扰的消除

#### 8.2.1 物理干扰

可采用优化仪器工作参数、基体匹配法、标准加入法或内标法进行校正。

#### 8.2.2 电离干扰

可采用合适的分析条件,如功率、载气流量等,进行抑制;也可采用基体匹配法或标准加入法进行校正。

8.2.3 光谱干扰

可采用干扰系数法进行校正,或选择没有干扰的谱线。

8.2.4 基体效应

可采用优化分析条件、稀释试样溶液、基体匹配法、标准加入法、内标法和化学分离基体等手段消除或减少基体效应。

8.2.5 记忆效应

在分析某些样品时,样品中待测元素沉积并滞留在管路、雾化器、雾室、炬管等位置会导致记忆干扰,可通过延长样品间的清洗时间来避免这类干扰的发生,或清洗进样系统以消除记忆干扰。

8.3 定性分析

采集试样在仪器波长范围内的光谱图。根据试样光谱图中存在包含最灵敏线在内的两条及两条以上某元素灵敏线判断存在该元素。

8.4 定量分析

8.4.1 概述

样品测定前,先用体积分数为 1%~5%的硝酸溶液进样,直到响应信号低于检出限,待信号稳定后可以开始测定。测定标准溶液和试样溶液的仪器响应信号,按 8.4.2~8.4.5 给出的方法测定试样溶液中被测元素的质量浓度,无论采取哪种方法,每次分析均应绘制相应的校准曲线。

8.4.2 标准曲线法

配制不少于 6 个质量浓度的标准系列溶液(包括溶剂空白,多个标准溶液之间的质量浓度应分布合理),按照质量浓度从低到高依次测定标准溶液中各待测元素的响应信号,以标准溶液中待测元素的质量浓度为横坐标,相应待测元素响应信号为纵坐标,绘制校准曲线,计算回归方程,其相关系数不小于 0.99。所绘制的校准曲线范围应涵盖测量点。在相同条件下测定试样溶液中各待测元素的响应信号,按公式(1)计算试样溶液中待测元素的质量浓度,见图 1。

$$\rho_{\text{检}} = \frac{I_{\text{检}} - b}{a} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_{\text{检}}$ ——试样溶液中待测元素质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$I_{\text{检}}$ ——试样溶液中待测元素响应信号;

$b$ ——校准曲线与纵坐标轴的截距;

$a$ ——校准曲线的斜率。

标准曲线法只适合于无基体干扰情况下的测定。

订购号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2006-1608 购买单位: TC 481

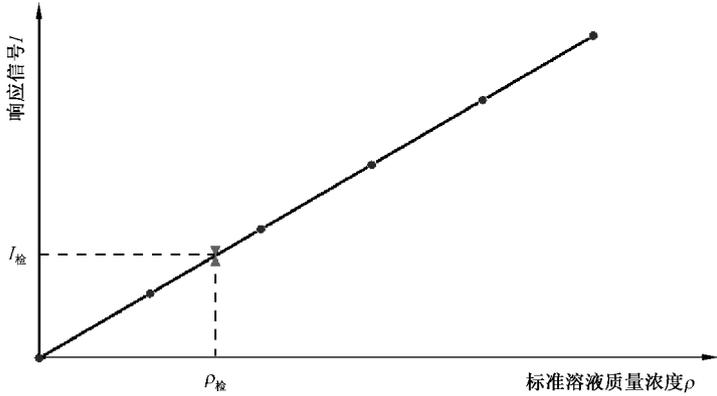


图1 标准曲线法校准曲线

8.4.3 内标法

配制不少于 6 个含相同质量浓度内标物的标准系列溶液(包括溶剂空白),按质量浓度从低到高依次测定标准溶液中待测元素和内标元素的响应信号,以标准溶液质量浓度为横坐标,以标准溶液中待测元素与内标元素响应信号比值  $\xi$  为纵坐标,绘制内标法校准曲线,计算回归方程,其相关系数不小于 0.99。所绘制的校准曲线范围应涵盖测量点。试样溶液中待测元素质量浓度按公式(2)计算得出,见图 2。

$$\rho_{\text{检}} = \frac{\xi_{\text{检}} - b}{a} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\rho_{\text{检}}$  —— 试样溶液中待测元素质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $\xi_{\text{检}}$  —— 试样溶液中待测元素与内标元素的响应信号比值;
- $b$  —— 内标法校准曲线与纵坐标轴的截距;
- $a$  —— 内标法校准曲线的斜率。

在使用内标法时:

- a) 试样溶液中不含有内标元素或内标元素含量可忽略;
- b) 加入标准溶液与试样溶液中内标元素的含量一致。

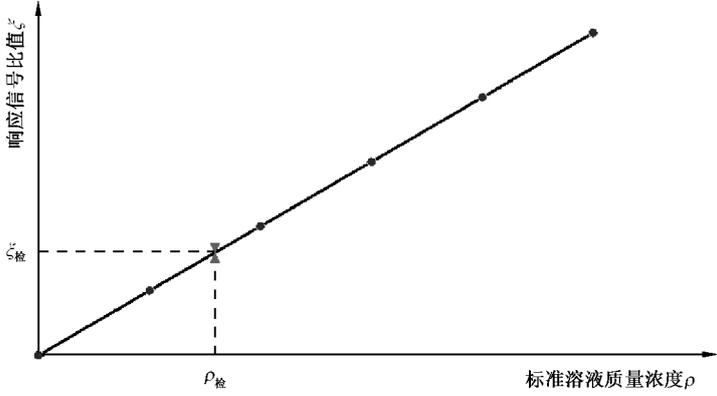


图2 内标法校准曲线

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2006-1608 购买单位: TC 481

## 8.4.4 基体匹配法

配制不少于 6 个与试样相近基体的标准系列溶液(包括溶剂空白),按照标准曲线法(见 8.4.2)测定出试样中待测元素的质量浓度。基体匹配法适用于试样基体成分已知,且基体成分对待测元素有干扰的定量分析。

## 8.4.5 标准加入法

当缺少样品基体信息无法进行基体匹配,或样品的基体效应不能通过稀释或基质分离来避免时,可使用标准加入法进行测定。分别取等体积的试样溶液  $n$  份,一份不加标准溶液,其余  $n-1$  份溶液分别按比例加入不同质量浓度的标准溶液,再稀释至相同体积,溶液质量浓度通常分别为  $\rho_{\text{检}}, \rho_{\text{检}} + \rho_0, \rho_{\text{检}} + 2\rho_0, \dots, \rho_{\text{检}} + (n-1)\rho_0$  ( $\rho_0$  为标准溶液质量浓度)。在优化的仪器条件下,依次测定这  $n$  份溶液待测元素的响应信号,以加入标准溶液质量浓度为横坐标,相应的待测元素响应信号为纵坐标,绘制校准曲线、计算回归方程,其相关系数不小于 0.99,曲线反向延伸与质量浓度轴的交点的绝对值即为试样溶液中待测元素的质量浓度  $\rho_{\text{检}}$ ,见图 3。根据  $\rho_{\text{检}}$  计算试样溶液中待测元素的质量浓度。

使用标准加入法时:

- 只适用于质量浓度与响应信号呈线性区域;
- 至少采用 5 点(包括试样溶液本身)来绘制外推关系曲线,同时首次加入的标准溶液质量浓度和试样溶液质量浓度大致相同,即  $\rho_{\text{检}} \approx \rho_0$ 。

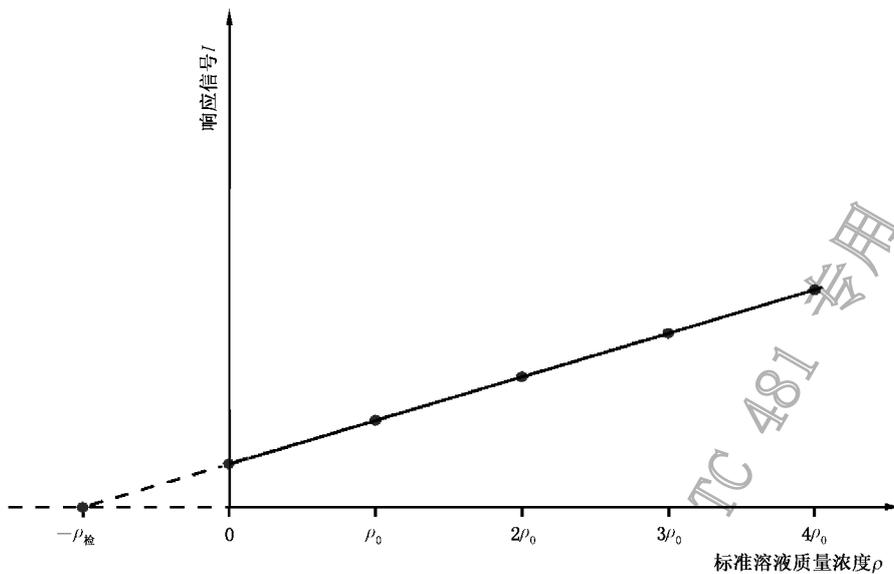


图 3 标准加入法校准曲线

## 8.5 质量控制

应确保分析结果的正确度,可在样品分析过程中添加质控样品,质控样品可采用与分析样品具有相同或相似基体的有证标准物质/有证标准样品,将其在相同条件下进行分析,并将所得结果与已知质量浓度进行比较。当难以获得相同或类似基体的标准物质/标准样品时,可在相同或相似基体的真实样品上进行加标回收率测试,以控制分析正确度。

## 8.6 测试完毕

测试完毕后,先用稀酸溶液清洗进样系统,再用水(5.4)冲洗进样系统。按照仪器说明书操作使仪

器处于待机或关机状态。

## 9 结果报告

### 9.1 基本信息

报告包括但不限于：检测单位信息、样品信息、检测方法（标准）、检测结果、检测人、检测日期等。必要和可行时给出定量分析方法及结果的评价信息。

### 9.2 分析结果表述

#### 9.2.1 定性分析的结果表述

根据试样光谱中特征谱线的存在与否（例如：Ca 317.9 nm 和 Ca 396.8 nm），表述为：可认为样品中含有或不含有相应的元素（例如 Ca 元素）。

#### 9.2.2 定量分析的结果表述

试样中待测元素 A 的含量一般用质量浓度  $\rho_A$  或质量分数  $w_A$  来表示。试样中待测元素 A 的质量浓度  $\rho_A$  按公式(3)或公式(4)计算，试样中待测元素 A 的质量分数  $w_A$  按公式(5)计算。

$$\rho_A = (\rho_{\text{检}} - \rho_{\text{空白}}) \times n \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\rho_A = \frac{\rho_{\text{检}} - \rho_{\text{空白}}}{N} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$w_A = \frac{\rho_A \times V}{m} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$\rho_A$  —— 试样中元素 A 的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

$\rho_{\text{检}}$  —— 试样溶液中元素 A 的仪器测量值，单位为毫克每升(mg/L)；

$\rho_{\text{空白}}$  —— 空白试样中元素 A 的仪器测量值，单位为毫克每升(mg/L)；

$n$  —— 试样溶液的稀释倍数；

$N$  —— 试样溶液的浓缩倍数；

$w_A$  —— 试样中元素 A 的质量分数，单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ )；

$V$  —— 试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$m$  —— 试样的质量，单位为克(g)。

### 9.3 分析方法与测定结果的评价

#### 9.3.1 检出限和定量限

检出限与定量限按照 GB/T 27417 中的方法与原则评估。

#### 9.3.2 准确度(精密度和正确度)

##### 9.3.2.1 精密度

精密度反映偶然误差的分布，通常用标准偏差  $s$  或相对标准偏差 RSD 来表示，按公式(6)、公式(7)计算。精密度与质量浓度有关，报告精密度时应指明获得该精密度的被测元素的质量浓度，同时标明测量次数  $n$  ( $n \geq 7$ )。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (6)$$

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $s$  ——  $n$  次测量结果的标准偏差,单位为毫克每升(mg/L)；
- $n$  —— 测量次数；
- $x_i$  —— 第  $i$  次测量结果,单位为毫克每升(mg/L)；
- $\bar{x}$  ——  $n$  次测量结果平均值,单位为毫克每升(mg/L)；
- RSD—— $n$  次测量结果的相对标准偏差。

9.3.2.2 正确度

正确度反映测量值与真值的系统误差。在实际工作中,可使用与分析样品具有相同或相似基体的标准物质/标准样品进行对照试验;或加入被测定元素的纯物质进行回收试验以评估正确度。当用标准物质/标准样品对照试验来评估正确度时,以绝对误差或相对误差表示;当用回收试验来评估正确度时,以回收率  $R$  表征正确度,按公式(8)计算,按照 GB/T 27417—2017 的附录 A 进行评价。

$$R = \frac{\rho_i - \rho_{\text{检}}}{\rho_a} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- $R$  —— 回收率；
- $\rho_{\text{检}}$  —— 试样中待测元素的测定值,单位为毫克每升(mg/L)；
- $\rho_a$  —— 标准加入量,单位为毫克每升(mg/L)；
- $\rho_i$  —— 加入  $\rho_a$  后的测定值,单位为毫克每升(mg/L)。

10 安全注意事项

- 10.1 应按高压钢瓶安全操作规定使用高压气体钢瓶。
- 10.2 仪器室排风需良好,保证等离子体炬焰中产生的废气或者有毒蒸气能及时排除。
- 10.3 仪器应有单独的地线,并符合安装要求。
- 10.4 实验室环境温湿度应满足仪器使用要求。
- 10.5 注意用电安全。
- 10.6 关闭仪器时,应在仪器处于待机状态时关闭电源,再切断气体供应;也可按仪器操作说明书进行。
- 10.7 实验中产生的废液应集中收集,并清楚做好标记贴上标签,按规定交由有资质的处置单位进行统一处理。

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2006-1608 购买单位: TC 481

附 录 A  
(资料性)  
待测元素分析谱线波长表

微波等离子体发射光谱法部分元素对应的谱线波长见表 A.1。

表 A.1 待测元素分析谱线波长表

元素	波长 nm
Ag	328.068, 338.289, 520.907, 546.549
Al	226.910, 236.705, 237.312, 256.798, 257.509, 308.215, 309.271, 319.153, 394.401, 396.152
As	188.979, 193.695, 197.198, 198.970, 200.334, 228.812, 234.984, 278.022
Au	242.795, 267.595, 274.825, 312.278
B	208.889, 208.957, 249.677, 249.772
Ba	230.425, 233.527, 233.527, 455.403, 493.408, 553.548, 585.368, 641.171, 649.690
Be	234.861, 249.473, 265.062, 313.042, 313.107, 332.108
Ca	317.933, 393.366, 396.847, 422.673, 430.253, 445.478, 616.217
Cd	214.439, 226.502, 228.802, 326.106, 361.051, 479.992, 508.582
Co	238.891, 240.725, 241.162, 340.512, 341.234, 345.351, 350.228, 350.631, 352.684, 384.547
Cr	267.715, 283.563, 284.325, 302.158, 357.868, 359.348, 425.433, 428.972, 520.604
Cu	216.510, 217.895, 218.172, 219.958, 223.008, 324.754, 327.395, 510.554, 578.213
Dy	340.780, 353.171, 364.540, 387.780, 394.468, 400.045, 410.330
Er	323.058, 326.478, 337.271, 349.910, 369.265, 389.623, 390.631
Fe	248.327, 259.940, 358.119, 371.993, 373.486, 373.713, 374.949, 382.043, 385.991
Ga	294.364, 358.496, 403.299, 417.204
Gd	335.047, 336.223, 342.247, 376.839, 379.637, 385.097
Hg	253.652, 435.834, 546.074
K	693.877, 766.490, 769.897
La	379.478, 394.910, 398.852, 408.672, 412.323, 433.374
Li	460.289, 610.365, 670.784
Lu	261.542, 307.760, 350.739, 547.669, 622.187, 646.312
Mg	202.582, 279.553, 280.271, 285.213, 382.935, 383.829, 518.360
Mn	257.610, 259.372, 260.568, 279.482, 279.827, 293.305, 403.076, 403.307, 403.449
Na	588.263, 588.995, 589.592
Nb	202.932, 269.706, 309.418, 316.340, 319.498, 405.894, 407.973, 410.092
Nd	399.174, 401.225, 406.109, 410.946, 415.608, 430.358, 482.548
Ni	221.648, 231.604, 232.003, 305.082, 341.476, 345.846, 349.295, 351.505, 352.454, 361.939

表 A.1 待测元素分析谱线波长表 (续)

元素	波长 nm
P	213.618, 214.915, 253.560, 255.326, 764.934
Pb	217.000, 261.417, 266.315, 283.305, 363.957, 368.346, 405.781
Pd	244.791, 247.642, 324.270, 340.458, 342.124, 351.694, 360.955, 363.470
Pt	217.469, 244.006, 248.717, 265.945, 270.240, 283.029, 299.796, 306.471
S	180.669, 181.972, 182.562
Sb	206.833, 217.581, 231.147, 252.852, 259.805
Se	196.026, 203.988, 206.279
Si	212.412, 221.667, 250.690, 251.432, 251.611, 251.920, 252.411, 252.851, 288.158
Sn	224.605, 225.484, 235.484, 242.949, 270.651, 283.999, 286.333, 303.412, 317.505
Sr	216.593, 407.771, 416.189, 421.552, 460.733, 481.188, 640.846, 707.007
Ta	263.558, 265.327, 268.517, 269.452, 271.467, 296.452
Ti	308.804, 323.452, 323.658, 323.904, 334.941, 336.122, 337.280, 338.377, 368.520
Tl	187.076, 276.787, 351.924, 352.943, 377.572, 535.046
V	290.881, 292.401, 292.463, 309.311, 310.229, 311.070, 411.178, 437.923, 438.472, 438.997
Y	324.227, 354.900, 360.073, 361.104, 371.029, 377.437, 378.869, 417.753, 437.494
Zn	202.548, 206.200, 213.857, 472.216, 481.053
Zr	316.597, 327.305, 338.830, 339.198, 343.823, 349.621, 357.247, 414.920

TC 481 专用

订单号: 0125240814142154 防伪编号: 2024-0814-0231-2006-1608 购买单位: TC 481

TC 481 专用

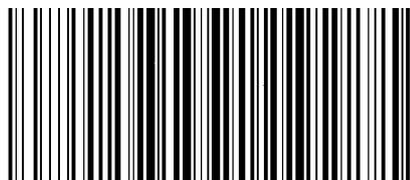
TC 481 专用

## ⚠ 版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!



购买者: TC 481  
时间: 2024-08-14  
定价: 38元



GB/T 43861-2024

中华人民共和国  
国家标准  
微波等离子体原子发射光谱方法通则  
GB/T 43861—2024

\*

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

服务热线: 400-168-0010

2024年4月第一版

\*

书号: 155066·1-75617

版权专有 侵权必究