



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30903—XXXX

代替 GB/T 30903-2014

## 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)

Inorganic chemicals for industrial use—Determination of impurity element—Inductively coupled plasma mass spectrometry(ICP-MS)

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 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。

本文件代替GB/T 30903—2014《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)》，与GB/T 30903—2014相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了“四级杆质谱仪”的术语和定义（见 3.11，2014 年版的 3.10）；
- b) 增加了“电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)”“辅助气”“载气”“冷却气”“接口”“质谱干扰”“同量异位素干扰”“多原子离子干扰”“记忆效应”“溶解态元素含量”及“待测元素总量”的术语和定义（见 3.1、3.12、3.13、3.14、3.15、3.16、3.17、3.18、3.19、3.20）；
- c) “试剂”一章名称及内容（见第 6 章，2014 年版的第 5 章）；
- d) 更改了“水”的规格（见 5.3，2014 年版的 5.2）
- e) 更改了“仪器设备”一章内容（见第 7 章，2014 年版的第 6 章）；
- f) 更改了“分析步骤”一章名称及内容（见第 8 章，2014 年版的第 7 章）；
- g) 更改了“附录 A、附录 B”名称（见附录 A、附录 B，2014 年版的附录 A、附录 B）；
- h) 增加了“附录 C（资料性）待测元素测定的可选波长及检出限（见附录 C）；
- i) 增加了“附录 D（资料性）待测元素的干扰和消除（见附录 D）；
- j) 增加了“附录 E（资料性）ICP-MS 测定中常见的多原子离子干扰（见附录 E）；
- k) 增加了“参考文献”。

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：湖北兴发化工集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、格林美股份有限公司等。

本文件主要起草人：弓创周等。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2014 年首次发布为 GB/T 30903—2014；

——本次为第一次修订。

# 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)

**警告：**本文件中使用的部分试剂具有危害性，操作时须小心谨慎！使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件给出了用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定无机化工产品中金属和非金属杂质元素的试剂或材料、仪器设备，描述了用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定无机化工产品中金属和非金属杂质元素的原理、试验步骤、精密度、回收率。

本文件适用于无机化工产品中含多种金属和非金属杂质元素的液体试样或去除基体后直接进样，用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）进行测定。

## 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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6041 质谱分析方法通则

## 3 术语和定义

GB/T 6041界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)** inductively coupled plasma mass spectrometry(ICP-MS)

物质中待测元素经电感耦合等离子体电离后，离子通过质量分离器，按质量电荷比(质荷比)进行定性及根据离子数目进行定量的一种质谱分析方法。

### 3.2

**等离子体 plasma**

一种电离度大于0.1 %，其正负电荷相等的电离气体。

## 3.3

**电感耦合等离子体 inductively coupled plasma**

将高频功率加到与等离子体炬管耦合的线圈上所形成的炬焰，简称ICP。

## 3.4

**射频发生器 radio frequency generator**

为耦合线圈和等离子体提供射频能量的射频功率源。

## 3.5

**等离子体炬管 plasma torch**

用于ICP维持稳定放电，通常由三层同心石英管组成的装置，外管进冷却气，中管进辅助气，内管（也称“中心管”）进载气，将雾化器形成的气溶胶引入等离子体中心的通道。

## 3.6

**入射功率 incident power**

由高频发生器输送给耦合线圈和等离子体的净功率。

## 3.7

**采样锥 sampling cone**

常压等离子体与高真空的质量分析器接口的重要的锥体部件。该锥的中心有一个约1 mm的锥孔，等离子体炬焰中的离子通过此锥孔进入由机械泵支持的第一级真空室。

## 3.8

**截取锥 skimmer cone**

常压等离子体与高真空的质量分析器接口的又一重要的锥体部件。锥的中心有一个小于1 mm的与采样锥孔轴向同心的锥孔。离子通过此锥孔进入质量分析器。

## 3.9

**离子透镜系统 ion lens system**

离子透镜系统位于截取锥和质谱分离装置之间。其作用一是聚焦并引导待分析离子从接口区域到达质谱分离区域，二是阻止中性粒子和光子通过。

## 3.10

**碰撞/反应池 collision/reaction cell**

安装于四级杆质谱计前的一个无杆或多极杆装置，通入碰撞/反应气体，对聚焦的离子进行碰撞与反应，进行质谱干扰消除。

### 3.11

#### **四级杆质谱仪 ( QMS ) / 飞行质谱仪 ( TOF ) quadrupole mass spectrometer ( QMS ) / Time of Flight Mass Spectrometer ( TOF )**

用由直流和射频组成的四极电场分离不同质荷比离子的质谱仪。

### 3.12

#### **辅助气 auxiliary gas**

炬管中管与中心管间通入的氩气流。

**注：**作用为支撑在炬管口形成的等离子体和控制等离子体火焰位置，并保护中心管。

### 3.13

#### **载气 carry gas**

中心管通入的气流。

**注：**作用为运送气溶胶进入等离子体。

### 3.14

#### **冷却气 cooling gas**

在 ICP-MS 工作过程中，为样品（雾化气）提供一个中心通道，参与等离子体的点燃过程，形成稳定等离子体炬焰，并隔离保护炬管的气体，冷却气通常为氩气。

### 3.15

#### **接口 interface**

由采样锥、截取锥等组成的装置，使等离子体形成的离子进入质量分离器的通道。

### 3.16

#### **质谱干扰 mass spectral interference**

一个或多个原子离子与待测元素离子具有相近的质荷比而引起的干扰。

### 3.17

#### **同量异位素干扰 isobaric interference**

元素间具有相近的质荷比，不能被质量分离器分辨时引起的质谱干扰。

### 3.18

**多原子离子干扰 polyatomic ion interference**

由两个或两个以上原子结合而成的复合离子，与待测元素离子具有相近的质荷比所引起的干扰。

## 3.19

**记忆效应 memory effect**

高浓度样品或者上一个样品残留在整个装置里，对当前样品中待测元素造成偏高或者偏低的效应。

## 3.20

**溶解态元素含量 dissolved content of elements**

样品未经消解，通过合适溶剂进行浸泡或提取后，浸泡液或提取液中测得的待测元素含量。

## 3.21

**待测元素总量 total content of target elements**

样品完全消解后测得的待测元素含量。

**4 原理**

试样溶液由载气（氩气）引入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体中心区，在高温和惰性气氛中被去溶剂化、汽化解离和电离，转化成带正电荷的正离子，经离子采集系统进入质谱仪，质谱仪根据质荷比进行分离，离子信号由电子倍增器接收，经放大后进行检测。根据元素质谱峰强度，对各元素进行定性或定量分析。

**5 试剂或材料**

5.1 试剂：优级纯或经纯化处理后的试剂，可用亚沸蒸馏酸纯化装置进行纯化处理，亚沸蒸馏酸纯化装置见附录 A，一般选用的无机酸有：硝酸（ $\text{HNO}_3$ ）、盐酸（ $\text{HCl}$ ）、氢氟酸（ $\text{HF}$ ）、高氯酸（ $\text{HClO}_4$ ）、硫酸（ $\text{H}_2\text{SO}_4$ ）。

5.2 杂质标准溶液：应使用有证标准物质进行配制。

5.3 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水及以上。

**6 仪器设备**

电感耦合等离子体质谱仪：由进样系统、冷却系统、真空系统、离子源、接口、离子透镜系统、质量分离器、检测器、控制与数据处理系统等组成，可靠配碰撞/反应池、联用设备等。

**7 试验步骤**

## 7.1 样品处理

### 7.1.1 实验室设备

7.1.1.1 对一般的微量和痕量分析而言，注意做好实验室整体清洁。进行超痕量或要求较高的分析时，一般要求使用超净实验室。

7.1.1.2 用作固体消解用的容器可根据待测目标元素本底值是否在分析允许误差范围内进行选择，一般使用聚四氟乙烯（PTFE）或氟塑料（PFA）或石英材质器皿；盛放样品溶液的容器一般选用聚四氟乙烯（PTFE）或氟塑料（PFA），带有全氟化的烷基侧链的四氟乙烯）或低密度聚乙烯（LDPE）或高密度聚乙烯（HDPE）或聚丙烯（PP）材料制作的样品瓶或石英样品瓶。

7.1.1.3 容器在使用前，一般应在硝酸溶液（1+1）中浸泡数小时，用水漂洗干净后，置于电热恒温干燥箱中烘干后使用。

### 7.1.2 样品前处理方法

#### 7.1.2.1 溶解法

对于基体中的主要成分为易溶性物质的样品可用溶解法分解，即用适当的溶剂（一般为水或稀酸）将固体样品溶解转化为液体样品，同时将待测组分转化为可测定形态。

#### 7.1.2.2 熔融法

当基体的主要成分为不溶性矿物质时，通常采用高温熔融法分解样品，即在坩埚中将试样与 5~20 倍的溶剂混合后置于马弗炉中加热熔融，加热温度通常介于 500 °C ~ 1200 °C，通过复分解反应使被测组分转化为能溶于水或酸的形式，再用水或酸浸取，使其定量进入溶液。

#### 7.1.2.3 湿法消解

也称酸消化法，主要是指用不同酸或混合酸与过氧化氢或其他氧化剂的混合液，在加热状态下将含有大量有机物的样品中的待测组分转化为可测定形态的方法。含有大量有机物的生物样品通常采用混酸进行湿法消解。湿法消解样品常用的消解试剂体系有：HNO<sub>3</sub>、HNO<sub>3</sub>-HClO<sub>4</sub>、HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-KMnO<sub>4</sub>、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-HClO<sub>4</sub>、HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、碱分解法等。

湿法消解包括敞开式容器消解法、密封高压消解和微波消解，具体如下：

- a) 敞开式容器消解法，将试样和试剂用敞开式容器在火焰或电热板上或电炉中加热，此法应用最为普遍。这种方法对于设备的要求较低，可用于大批量样品同时消解。缺点是耗时较长，污染较为严重，准确度和精密度较差。
- b) 高压消解，是一种在高温、高压下进行的湿法消解过程，即把样品和消解液（通常为混酸或混酸 + 氧化剂）置于合适的容器中，再将容器装在保护套中，在密闭情况下进行分解。高压消解所用容器多为 PTFE、玻璃碳或石英材料做成。保护套为不锈钢材料。与敞开体系比较，高压密闭消解更适用于痕量及挥发性元素分析。
- c) 微波消解，利用微波的穿透性和激活反应能力加热密闭容器内的试剂和样品可使制样容器内压

力增加，反应温度提高。消化中因消化罐完全密闭，不会产生尾气泄漏。密闭消化避免了因尾气挥发而使样品损失的情况。

#### 7.1.2.4 干法灰化

又称燃烧法或高温分解法。有机样品常采用干法灰化分解，方法是将样品置于坩埚中，在一定的温度或气氛下加热，使有机样品灰化分解，留下的残渣再用适当的溶剂溶解，制备成分析试液。

干法灰化常用的方法有高温电炉直接灰化法、氧瓶燃烧法、燃烧法、低温灰化法，具体如下：

- a) 高温电炉直接灰化法：利用高温电炉对样品进行灰化，温度一般为  $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ ，根据样品种类和待测组分的性质不同，选用不同材料的坩埚和灰化温度。
- b) 氧瓶燃烧法，是将少量样品用滤纸包裹后，固定在瓶塞的夹子上，放入预先充满氧气的锥形瓶（氧瓶）中燃烧，而密闭的瓶内盛有适当的吸收剂以吸收燃烧产物，然后进行测定。
- c) 燃烧法，又称氧弹法，用于灰化含汞、硫、砷、氟、硒、硼等元素的样品。将样品装入样品杯，置于盛有吸收液的铂内衬氧弹中，旋紧氧弹盖，充入氧气，用电火花点燃样品，使样品灰化，待吸收液将灰化产物完全溶解后，即可用于测定。
- d) 低温灰化法，利用低温灰化装置在温度低于  $150^{\circ}\text{C}$ 、压力小于  $133.322\text{Pa}$  的条件下借助射频激发的低压氧气流对样品进行氧化分解，该法不会引起锑、砷、铯、钴、铬、铁、铅、锰、钼、硒、钠和锌的损失，但金、银、汞、铂等有明显损失。

#### 7.1.2.5 分离和预富集法

分离的过程，可以除去可能有的基体效应与干扰，并达到预富集的作用，以降低定量限。主要方法有溶剂萃取法、离子交换法、共沉淀/吸附法。

#### 7.1.3 液体溶液要求

样品经消解后，根据待测元素含量定容至适当体积或进行稀释处理，制成试样溶液。

取样量根据试样中待测元素的质量浓度和方法的检出限来确定；试样溶液中待测元素质量浓度至少为该元素检出限三倍。检出限的测定方法见附录 B。

在 ICP-MS 上进行测定的样品溶液需满足以下基本要求：

- a) 溶液中溶解的总固体量（即 TDS） $\leq 0.2\%$ 。
- b) 溶液中有机的含量不能太高，否则会引起严重的基体效应和有机物燃烧后的碳粒沉积并堵塞锥口，导致灵敏度和稳定性下降。若有机物含量较高时，需配备有机加氧通道、耐有机进样系统与铂锥。
- c) 溶液中待测元素的浓度不能太高。一般要求固体样品中元素含量不大于  $0.01\%$ ，液体样品不大于  $0.0001\%$ （最好不大于  $0.00001\%$ ）。
- d) 为防止金属元素水解后产生沉淀，溶液中宜保持一定的酸度。一般以一定浓度（ $1\% \sim 5\%$ ）的硝酸为介质。



- e) 非特殊要求溶液中宜不含高沸点的硫酸和磷酸介质, 以免损坏采样锥和截取锥, 以及避免S、P带来的多原子离子干扰。
- f) 溶液中应不含氢氟酸, 氢氟酸会损坏石英玻璃材料的雾化器、雾室及接口。若氢氟酸不能排除, 应使用耐氢氟酸系统的进样装置和铂锥。
- g) 样品应完全消解, 若有混浊, 宜使用经0.45 μm或以下的微孔滤膜过滤后或者离心后取清液进行测试。

## 7.2 仪器开启和调谐

按照操作流程打开仪器, 仪器正常开启后稳定 10 min ~ 30 min, 其间用调谐溶液调节仪器灵敏度、信噪比等满足检测要求, 可参照 GB/T 34826 进行。

## 7.3 仪器条件选择

根据分析需要选择功率、冷却气流速、辅助气流速、载气流速、采样位置、溶液提升速率、离子透镜参数、质谱测量方式、积分时间、仪器分辨率等参数。选择的原则是测定的大多数元素信号强、精密度高、干扰少。

注: 冷却气是炬管外管与中管间通入的氩气流, 其作用为冷却炬管和维持等离子体。

## 7.4 干扰消除

### 7.4.1 物理干扰

可用标准加入法或内标法进行校正。通过测定待测元素离子强度和内标元素离子强度的比率, 校正样品输送、仪器漂移等的影响。

应在样品溶液最终定容前加入内标或采取在线内标加入法。待测元素质荷比对应内标元素选择可参见附录 C。

### 7.4.2 同量异位素干扰

通过测定不受干扰的同位素或使用干扰校正方程可减少或消除同量异位素干扰。常用干扰校正方程参见附录 D。

通过测试干扰元素的另一个不受干扰同位素的丰度和离子强度计算出干扰元素的量, 并将该量从响应信号中扣除, 从而得到待测元素的实际响应信号值。干扰校正方程可根据试验及样品实际情况进行编辑、使用, 在使用前需进行验证, 并记录所用的数学方程。

### 7.4.3 多原子离子的干扰

常见的多原子离子干扰参见附录 E。

减少或消除多原子离子干扰可采用以下一种或几种方法:

- a) 优化操作条件,降低多原子产率;
- b) 采用适当的样品分离方法去除干扰基质;
- c) 采用干扰校正方程进行校正;
- d) 采用碰撞/反应技术。

#### 7.4.4 双电荷离子的干扰

在等离子体解离过程中失去两个电子使其具有双电荷离子,按质荷比对其质量一半的待测元素离子所引起的干扰。

减少或消除双电荷离子干扰可采用以下一种或几种方法:

- a) 优化操作条件,降低双电荷产率;
- b) 采用干扰校正方程进行校正;
- c) 采用反应池技术。

#### 7.4.5 丰度灵敏度干扰

丰度较大的同位素会产生拖尾峰,影响相邻质量峰的测定,可将质谱仪的分辨率调节为高分辨率以减少干扰。

#### 7.4.6 记忆效应干扰

在连续分析浓度差异较大的样品或标准溶液时,样品中的待测元素(如汞、硼等元素)容易吸附在管路、雾化器、雾室、炬管等位置,并在接口上沉积,导致记忆效应。可通过延长样品之间的洗涤时间来避免这类干扰或事先在样品及标准品中加入可降低记忆效应的试剂(如测汞时加入金溶液)。

### 7.5 试验

#### 7.5.1 定性分析

在 ICP-MS 分析中可通过一个快速的全谱质谱扫描仪获得整个质量范围内质谱信息(即质谱图)。

#### 7.5.2 半定量分析

可以测出样品中待测元素的大致含量,利用 ICP-MS 仪器提供的软件可获得半定量分析结果。具体步骤:测定低、中、高质量元素(一般需要 5~8 个元素)的混合标准溶液,根据元素周期表中元素的电离度以及同位素丰度等数据,获得质量数-灵敏度响应曲线,利用该曲线校正所用的仪器的各元素的灵敏度,存储灵敏度信息,然后测定未知样品,未知样品中所有元素的浓度都可根据该响应曲线求出,从而获得样品的半定量分析结果。一般 ICP-MS 的半定量分析误差可以控制在 $\pm(30\% \sim 50\%)$ 之间。在用标准加入法进行定量分析之前,用 ICP-MS 的半定量分析手段预先确定标准加入量的大小,可提高标准加入法定量的准确度。

### 7.5.3 定量分析

#### 7.5.3.1 标准曲线法

按照产品标准中对待测元素的规定，制备试样溶液、空白试验溶液及测定待测元素的三个或三个以上含有不同浓度的标准系列溶液（均应该在同一基体中配制，一般使用1%~5%的稀硝酸作为介质），在规定的仪器条件下，分别测定相应浓度的响应强度值。以标准溶液的质量浓度（ng/mL）为横坐标，对应的响应强度值为纵坐标，绘制标准曲线，计算回归方程，相关系数应不低于0.99。从标准曲线上查出试样溶液中待测元素的质量浓度，再计算样品中待测元素的含量。

#### 7.5.3.2 内标校正标准曲线法

该法是用一个元素作为参考点对另一个元素或多个元素的测定进行校正。在待测元素标准溶液、试样溶液和空白试验溶液中添加相同浓度的内标(ISTD)元素（一般使用1%~5%的稀硝酸作为介质），在规定的仪器条件下，分别测定相应浓度的响应强度值。以待测元素标准溶液响应强度值与内标元素响应强度值的比值为纵坐标，对应的质量浓度（ng/mL）为横坐标，绘制内标校正标准曲线，计算回归方程。利用试验溶液中待测元素响应强度值和内标元素响应强度值的比值，扣除试剂空白后，从内标校正标准曲线上查出试样溶液中待测元素的质量浓度，再计算样品中待测元素的含量。

选择内标元素时应考虑如下因素：

- a) 待测样品中不含有该元素；
- b) 与待测元素质量数接近；
- c) 电离能与待测元素电离能相近；
- d) 不受基体或分析物干扰，不会对分析元素产生干扰；
- f) 元素的化学特性。内标元素的加入可以通过在每个样品和标准溶液中分别加入，也可通过蠕动泵在线加入。

#### 7.5.3.3 标准加入法

按照产品标准中对待测元素的规定，制备试验溶液。用移液管移取相同体积试验溶液 4 份，分别置于 4 个相同体积的容量瓶中，除第 1 个容量瓶外，在其他 3 个容量瓶中分别用移液管移取成比例的待测元素标准溶液（一般使用 1%~5%的稀硝酸作为介质），并分别稀释至刻度，摇匀。在规定的仪器条件下，分别测定系列试液的响应强度值。以加入标准溶液质量浓度（ng/mL）为横坐标，对应的响应强度值为纵坐标，绘制工作曲线，将曲线反向延长与横轴相交，交点与原点的距离即为待测元素的质量浓度，再计算样品中待测元素的含量。

## 8 精密度

按照 GB/T 6379.2 确定。

同一实验室室内重复性精密度可在同一台仪器相同测定条件下，由同一人测定次数不少于 11 次的情况下，确定室内标准偏差和室内重复性。

## 9 回收率

在试样溶液中加入适量的待测元素标准溶液,分别测定加标前和加标后试样溶液中待测元素的质量浓度,根据加入待测元素标准溶液的质量浓度,即可计算出各元素的加标回收率。

加标回收率以*A*计,按公式(1)计算:

$$A = \frac{(\rho - \rho_0)V}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho$ ——加标后试样溶液中待测元素的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升 (ng/mL);

$\rho_0$ ——加标前试样溶液中待测元素的质量浓度的数值,单位为纳克每毫升 (ng/mL);

$m$ ——加入待测元素标准溶液的质量的数值,单位为纳克 (ng);

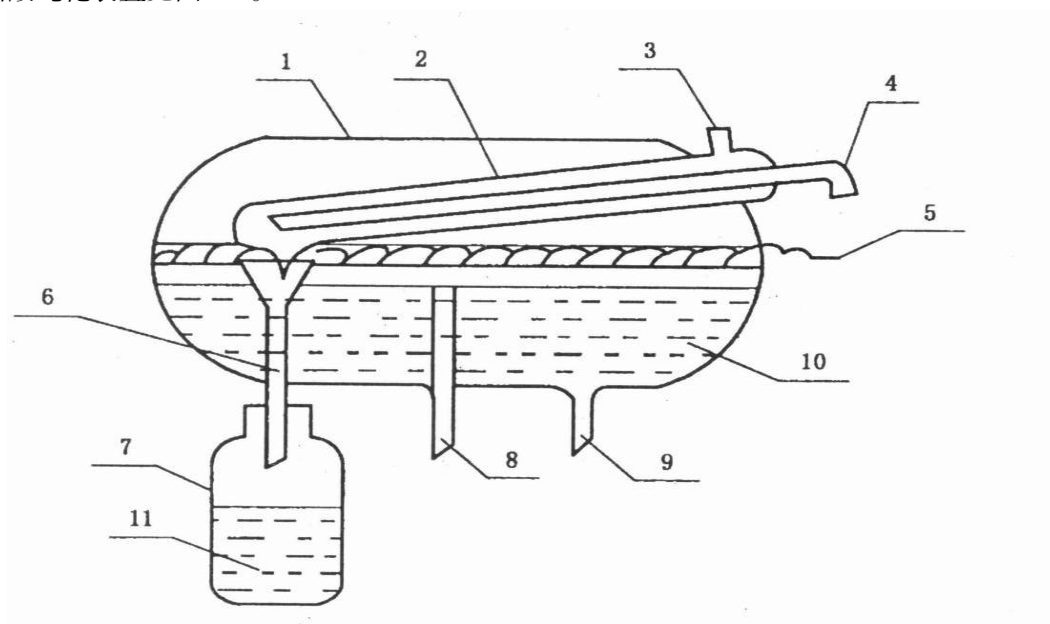
$V$ ——定容后容量瓶体积的数值,单位为毫升 (mL);

待测元素的加标回收率一般控制在80 %~120 %。

附 录 A  
( 资料性 )  
亚沸蒸馏酸纯化装置

### A.1 亚沸蒸馏酸纯化装置

亚沸蒸馏酸纯化装置见图A.1。



标引序号说明：

- 1——亚沸蒸馏器；
- 2——冷凝器；
- 3——冷却水出口；
- 4——冷却水入口；
- 5——电热丝；
- 6——接液翻斗；
- 7——接收瓶；
- 8——溢流口；
- 9——上流口及残液出口；
- 10——盐酸或硝酸；
- 11——经亚沸蒸馏提纯的盐酸或硝酸。

图 A.1 亚沸蒸馏酸纯化装置

### A.2 注意事项

A.2.1 温度应严格控制在酸的沸点以下，溶液不能沸腾。

A.2.2 蒸出液体流速应控制在40 mL/h左右。

## 附 录 B

### ( 资 料 性 )

#### 检出限测定方法

#### B.1 检出限测定方法

配制四至五个质量浓度成比例的待测元素的标准溶液及空白试验溶液，调解仪器至最佳工作状态，测定系列标准溶液的响应强度值，绘制标准曲线，同时连续十次测定空白试验溶液的质量浓度值。

检出限以 $D$ 计，数值以纳克每毫升（ng/mL）表示，按公式（B.1）计算：

$$D = 3S \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

$S$ ——空白试验溶液的标准偏差的数值，单位为纳克每毫升（ng/mL）。

空白试验溶液的标准偏差 $S$ ，按公式（B.2）计算：

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \bar{\rho})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

$\rho_i$ ——单次测定空白试验溶液的质量浓度的准确数值，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

$\bar{\rho}$ ——测定空白试验溶液的质量浓度的平均值，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

$n$ ——测定次数。

附 录 C  
( 资料性 )

推荐的分析物质量与内标物

本文件列出 ICP-MS 测定中推荐的分析物质量与内标物见表 C.1。

表C.1 推荐的分析物质量与内标物

元素	质量数	内标	元素	质量数	内标	元素	质量数	内标
银	107	Rh	锆	74	Y	铈	121	In
铝	27	Sc	钛	165	In	铪	45	Ge
砷	75	Ge	钪	115	Rh	硒	77	Ge
金	197	Re	铈	193	Re	钇	147	In
硼	11	Sc	钾	39	Sc	锡	118	In
钡	135	In	镧	139	In		120	In
铍	9	Sc	锂	7	Sc	锶	88	Y
铋	209	Re	铈	175	Re	钽	159	In
钙	44	Sc	镁	24	Sc	碲	126	In
镉	111	Rh	锰	55	Sc	钼	232	Re
	114	In	铈	95	Rh	钛	48	Sc
铈	140	In		98	Rh	铈	205	Re
钴	59	Sc	钠	23	Sc	铟	169	In
铬	52	Sc	铈	93	Rh	铀	238	Re
铬	53	Sc	钹	146	In	钒	51	Sc
铯	133	In	镍	60	Sc	钨	184	Re
铜	63	Ge	磷	31	Ge	铈	89	Ge
	65	Ge	铅	208	Re	铈	172	Re
镉	163	In	钪	108	Rh	锌	66	Ge
铈	166	In	镨	141	In	铈	90	Y
铈	151	In	钪	195	Re			
铁	57	Sc	铈	85	Y			
镓	69	Ge	铈	187	Bi			
钆	157	In	铈	103	In			
	158	In	钪	102	Rh			

附 录 D

( 资料性 )

ICP-MS 测定中常用的干扰校正方程

本文件列出 ICP-MS 测定中常用的干扰校正方程见表 D.1。

表 D.1 ICP-MS 测定中常用的干扰校正方程

同位素	干扰校正方程
51V	$51M - 3.127 \times (53M - 0.113 \times 52M)$
75As	$75M - 3.127 \times (77M - 0.815 \times 82M)$
82Se	$82M - 1.009 \times 83M$
98Mo	$98M - 0.146 \times 99M$
111Cd	$111M - 1.073 \times 108M - 0.712 \times 106M$
114Cd	$114M - 0.027 \times 118M - 1.63 \times 108M$
115In	$115M - 0.016 \times 118M$
208Pb	$206M + 207M + 208M$

注 1：“M” 为元素通用符号。

注 2:在仪器配备碰撞反应池的条件下,选用碰撞反应池技术消除干扰时,可忽略上述干扰校正方程。



## 附 录 E

( 资料性 )

## ICP-MS 测定中常见的多原子离子干扰

本文件列出 ICP-MS 测定中常见的多原子离子干扰见表 E.1。

表E.1 ICP-MS测定中常见的多原子离子干扰

分子离子		质荷比	受干扰元素	分子离子		质荷比	受干扰元素
基体分子离子	NH <sup>+</sup>	15	—	基体分子离子	溴化物	<sup>81</sup> BrH <sup>+</sup>	Se
	OH <sup>+</sup>	17	—			<sup>79</sup> BrO <sup>+</sup>	Mo
	OH <sub>2</sub> <sup>+</sup>	18	—			<sup>81</sup> BrO <sup>+</sup>	Mo
	C <sub>2</sub> <sup>+</sup>	24	Mg			<sup>81</sup> BrOH <sup>+</sup>	Mo
	CN <sup>+</sup>	26	Mg			Ar <sup>81</sup> Br <sup>+</sup>	Sb
	CO <sup>+</sup>	28	Si		氯化物	<sup>35</sup> ClO <sup>+</sup>	V
	N <sub>2</sub> <sup>+</sup>	28	Si			<sup>35</sup> ClOH <sup>+</sup>	Cr
	N <sub>2</sub> H <sup>+</sup>	29	Si			<sup>37</sup> ClO <sup>+</sup>	Cr
	NO <sup>+</sup>	30	—			<sup>37</sup> ClOH <sup>+</sup>	Cr
	NOH <sup>+</sup>	31	P			Ar <sup>35</sup> Cl <sup>+</sup>	As
	O <sub>2</sub> <sup>+</sup>	32	S			Ar <sup>37</sup> Cl <sup>+</sup>	Se
	O <sub>2</sub> H <sup>+</sup>	33	—		硫酸盐	<sup>32</sup> SO <sup>+</sup>	Ti
	<sup>36</sup> ArH <sup>+</sup>	37	—			<sup>32</sup> SOH <sup>+</sup>	—
	<sup>38</sup> ArH <sup>+</sup>	39	K			<sup>34</sup> SO <sup>+</sup>	V、Cr
	<sup>40</sup> ArH <sup>+</sup>	41	—			<sup>34</sup> SOH <sup>+</sup>	V
	CO <sub>2</sub> <sup>+</sup>	44	Ca			SO <sub>2</sub> <sup>+</sup> 、S <sub>2</sub> <sup>+</sup>	Zn
	CO <sub>2</sub> H <sup>+</sup>	45	Sc			Ar <sup>32</sup> S <sup>+</sup>	Ge
	ArC <sup>+</sup> 、ArO <sup>+</sup>	52	Cr			Ar <sup>34</sup> S <sup>+</sup>	Ge
	ArN <sup>+</sup>	54	Cr		磷酸盐	PO <sup>+</sup>	Ti
	ArNH <sup>+</sup>	55	Mn			POH <sup>+</sup>	Ti
	ArO <sup>+</sup>	56	Fe			PO <sub>2</sub> <sup>+</sup>	Cu
	ArOH <sup>+</sup>	57	Fe			ArP <sup>+</sup>	Ga
	<sup>40</sup> Ar <sup>36</sup> Ar <sup>+</sup>	76	Se	主族金属	ArNa <sup>+</sup>	63	Cu
	<sup>40</sup> Ar <sup>38</sup> Ar <sup>+</sup>	78	Se		ArK <sup>+</sup>	79	Br
	<sup>40</sup> Ar <sub>2</sub> <sup>+</sup>	80	Se		ArCa <sup>+</sup>	80	Se
				基体氧化物	TiO <sup>+</sup>	62~66	Ni、Cu、Zn
					ZrO <sup>+</sup>	106~112	Ag、Cd
					MoO <sup>+</sup>	108~116	Cd
					NbO <sup>+</sup>	109	Ag

## 参 考 文 献

- [1] GB/T 34826 四极杆电感耦合等离子体质谱仪性能的测定方法
-