

金化学分析方法

第12部分 银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、
锰、钨、铬、铂、铈、钛、锌、砷、锡、硅、
钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、
铍、铝含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

实验报告

紫金矿业集团股份有限公司

2022年9月

金化学分析方法

第 12 部分 银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、钼、铬、铂、铑、钛、锌、 砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钨、铼、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 前言

根据最新发布的上海黄金交易所标准 SGEB1-2019《金锭》相对于旧版上海黄金交易所金锭标准 SGEB1-2002《金锭》而言，新增了 4.3.2 条款内容，即牌号 Au 99.99 和 Au 99.95 的金含量是以杂质减量法确定，即以 100%减去杂质实测含量，所需测定杂质包括但不限于表 3 中所列杂质元素（Ag、Cu、Fe、Pb、Bi、Sb）。根据现行有效的国家标准 GB/T 4134-2015《金锭》3.2.2 条款，IC-Au99.995、IC-Au 99.95 牌号的金质量分数以杂质减量法确定，所需测定杂质包括但不限于表 1 所列杂质元素（Ag、Cu、Fe、Pb、Bi、Sb、Pd、Mg、Sn、Cr、Ni、Mn）。

目前配套《金锭》产品标准的分析方法标准为 GB/T 11066 系列金化学分析方法，检测仪涵盖 Ag、Fe、Cu、Pb、Bi、Sb、Mg、Mn、Ni、Pd、Cr、Sn、As、Si 14 种杂质元素，检测设备涵盖电感耦合等离子体原子发射光谱仪、火花直读光谱仪、原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪等设备。北矿检测技术有限公司申报的已立项项目《金化学分析方法 第 11 部分：镁、铬、锰、铁、镍、铜、钨、银、镉、锡、锑、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体原子质谱法》新增了电感耦合等离子体原子质谱仪测定金中 13 种杂质元素含量。

黄金市场贸易异常活跃，黄金精炼厂、黄金原料提供商、消费者、第三方仲裁机构及中间贸易商对黄金质量把控日益严格，要求金锭检测的杂质元素种类越多越好且检测时效性需满足快速贸易的需求。

本文件为 GB/T11077《金化学分析方法》第 12 部分，采用基体匹配-标准曲线法，使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定金中测定金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、钼、铬、铂、铑、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钨、铼、铝含量，样品无需萃取，检测时效性可以大大提高，可以满足 SGEB1《金锭》和 GB/T 4134《金锭》的检测需求，有效降低贸易风险，提高金锭检测质量。

2 实验部分

2.1 方法提要

试料以盐酸、硝酸混合酸分解，在稀盐酸介质中，采用基体匹配-标准曲线法及多谱线拟合法（MSF）等校正方法，使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、钼、铬、铂、铑、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钨、铼、铝含量。

2.2 范围

本标准规定了金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、钼、铬、铂、铑、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钨、铼、铝量的测定方法。测定范围见表 1。

表 1 各元素测定范围

元素	测定范围/%	元素	测定范围/%	元素	测定范围/%	元素	测定范围/%
Ag	0.0002~0.05	Cu	0.0002~0.05	Fe	0.0002~0.05	Pb	0.0002~0.05
Bi	0.0003~0.05	Sb	0.0005~0.05	Mg	0.0002~0.05	Ni	0.0002~0.05

Mn	0.0002~0.05	Pd	0.0002~0.05	Cr	0.0001~0.005	Pt	0.0002~0.05
Rh	0.0002~0.05	Ti	0.0002~0.05	Zn	0.0002~0.05	As	0.0005~0.05
Sn	0.0004~0.05	Si	0.0004~0.05	Co	0.0002~0.05	Ca	0.0002~0.05
K	0.0002~0.05	Li	0.0002~0.05	Na	0.0002~0.05	Te	0.0002~0.05
V	0.0002~0.05	Zr	0.0002~0.05	Cd	0.0002~0.05	Mo	0.0002~0.05
Re	0.0002~0.05	Al	0.0002~0.05				

2.3 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂所使用的试剂和水，原则上要求银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钨、铬、铂、铈、钽、铊、铟、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铀、铯、铝的含量要求 $<0.00001\%$ ，实验使用的盐酸、硝酸如果达不到要求，则需要进行纯化。

2.3.1 纯水（电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ）。

2.3.2 盐酸（ $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ）。

2.3.3 硝酸（ $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ ）。

2.3.4 盐酸（1+1）。

2.3.5 盐酸（1+9）。

2.3.6 硝酸（1+1）。

2.3.7 混合酸：以1体积硝酸（2.3.3）、3体积盐酸（2.3.2）和4体积纯水（2.3.1）混合均匀。

2.3.8 乙醇溶液（1+1）。

2.3.9 纯金（ $\omega_{\text{Au}} \geq 99.999\%$ ，各杂质元素不大于0.0002%）。

2.3.10 银标准贮存溶液：称取0.1000 g金属银（ $\omega_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL硝酸溶液（2.3.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，转移至预先加入25 mL盐酸（2.3.2）的100 mL塑料容量瓶中，用纯水（2.3.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg银。

2.3.11 铜标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铜（ $\omega_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（2.3.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100 mL塑料容量瓶中，用纯水（2.3.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铜。

2.3.12 铁标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铁（ $\omega_{\text{Fe}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（2.3.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100 mL塑料容量瓶中，用纯水（2.3.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铁。

2.3.13 铅标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铅（ $\omega_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（2.3.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100 mL塑料容量瓶中，用纯水（2.3.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铅。

2.3.14 铋标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铋（ $\omega_{\text{Bi}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（2.3.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100 mL塑料容量瓶中，用纯水（2.3.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铋。

2.3.15 镁标准贮存溶液：称取0.1658 g氧化镁（ $\omega_{\text{MgO}} \geq 99.95\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5 mL盐酸（2.3.4），盖上表面皿，低温加热溶解完全，移入100 mL塑料容量瓶中，用纯水（2.3.1）稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1 mg镁。

2.3.16 镍标准贮存溶液：称取0.1000 g金属镍（ $\omega_{\text{Ni}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（2.3.6），低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100 mL塑料容量瓶中，用纯水（2.3.1）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镍。

2.3.17 锰标准贮存溶液：称取0.1000 g金属锰（ $\omega_{\text{Mn}} \geq 99.99\%$ ），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加

入 20 mL 硝酸溶液 (2.3.6), 低温加热溶解, 挥发氮的氧化物, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

2.3.18 铬标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属铬 ($\omega_{Cr} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 5 mL 盐酸 (2.3.4), 1 mL 硝酸 (2.3.6), 盖上表面皿, 低温加热溶解完全, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸 (2.3.4), 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。

2.3.19 锌标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属锌 ($\omega_{Zn} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 20 mL 硝酸溶液 (2.3.6), 低温加热溶解, 挥发氮的氧化物, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

2.3.20 砷、钠标准贮存溶液: 称取 0.1320 g 三氧化二砷 (基准试剂, 预先置于浓硫酸干燥器中干燥至恒重), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 准确加入 5 mL 氢氧化钠溶液 (200 g/L), 低温加热至完全溶解, 加入 50 mL 纯水 (2.3.1), 1 滴酚酞乙醇溶液 (1 g/L), 用硫酸溶液 (1+4) 中和至红色刚消失再过量 2 mL, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷和钠。

2.3.21 钴标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属钴, 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加 10 mL 纯水 (2.3.1), 20 mL 硝酸 (2.3.6), 低温加热溶解, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钴。

2.3.22 钙标准贮存溶液: 称取 0.2497 g 预先在 105°C 烘 2h 并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙 ($\omega_{CaCO_3} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 纯水 (2.3.1), 盖上表面皿, 从杯嘴慢慢加入 5 毫升盐酸 (2.3.2), 低温加热溶解, 煮沸驱除二氧化碳, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钙。

2.3.23 钾标准贮存溶液: 称取 0.1907 g 于 500~600 °C 烘至恒重的氯化钾 (优级纯), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 50 mL 纯水 (2.3.1), 低温加热溶解, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钾。

2.3.24 锂标准贮存溶液: 称取 0.5323 g 碳酸锂 ($\omega_{Li_2CO_3} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 50 mL 纯水 (2.3.1), 盖上表面皿, 慢慢加入少量盐酸 (2.3.2), 加热煮沸赶尽二氧化碳, 冷却至室温, 用纯水 (2.3.1) 洗去表面皿, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锂。

2.3.25 钒标准贮存溶液: 称取 0.230 g 偏钒酸铵 ($\omega_{NH_4VO_3} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 50 mL 纯水 (2.3.1), 低温加热溶解, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钒。

2.3.26 镉标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属镉 ($\omega_{Cd} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 20 mL 硝酸溶液 (2.3.6), 低温加热溶解, 挥发氮的氧化物, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

2.3.27 铈标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属铈 ($\omega_{Re} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 3 mL 盐酸 (2.3.2), 1 mL 硝酸 (2.3.3), 低温加热溶解完全, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 加入 10 mL 盐酸 (2.3.2), 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

2.3.28 铝标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属铝 ($\omega_{Al} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 20 mL 盐酸溶液 (2.3.4), 低温加热溶解, 冷却至室温, 用盐酸溶液 (2.3.4) 移入 100 mL 塑料容量瓶中并稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

2.3.29 铈标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属铈 ($\omega_{Sb} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 20 mL 混合酸 (2.3.7), 低温加热溶解, 挥发氮的氧化物, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用纯水 (2.3.1) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

2.3.30 钯标准贮存溶液: 称取 0.1000 g 金属钯 ($\omega_{Pd} \geq 99.99\%$), 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 20 mL 混合酸 (2.3.7), 低温加热溶解, 挥发氮的氧化物, 冷却至室温, 移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用

纯水(2.3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 钯。

2.3.31 铂标准贮存溶液:称取0.1000 g 金属铂($\omega_{\text{Pt}} \geq 99.99\%$),置于100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入20 mL 混合酸(2.3.7),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入100 mL 塑料容量瓶中,用纯水(2.3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 铂。

2.3.32 铑标准贮存溶液:称取0.3593 g 氯铑酸铵($\omega_{(\text{NH}_4)_3\text{RhCl}_6} \geq 99.99\%$),置于100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入20 mL 盐酸溶液(2.3.4),低温加热溶解,冷却至室温,移入100 mL 塑料容量瓶中,用盐酸(2.3.5)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 铑。

2.3.33 钛标准贮存溶液:称取0.167 g 二氧化钛($\omega_{\text{TiO}_2} \geq 99.95\%$)置于100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加5g 硫酸铵,加10 mL 硫酸,加热溶解,冷却至室温,移入100 mL 塑料容量瓶中,用纯水(2.3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 钛。

2.3.34 锡标准贮存溶液:称取0.1000 g 金属锡($\omega_{\text{Sn}} \geq 99.99\%$),置于100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入20 mL 混合酸溶液(2.3.7),低温加热溶解,冷却至室温,用盐酸溶液(2.3.4)移入100 mL 塑料容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 锡。

2.3.35 硅标准贮存溶液:称取0.2139 g 二氧化硅($\omega_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$),加0.46 g 无水碳酸钠拌均于铂坩埚中,在1000 °C 高温炉中保持熔融20 min,冷却,放入聚四氟乙烯烧杯中,用温纯水(2.3.1)浸取。移入100 mL 塑料容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 硅。

2.3.36 碲标准贮存溶液:称取0.1000 g 金属碲($\omega_{\text{Te}} \geq 99.99\%$),置于100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入20 mL 硝酸溶液(2.3.6),低温加热溶解,挥发氮的氧化物,冷却至室温,移入100 mL 塑料容量瓶中,用纯水(2.3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 碲。

2.3.37 锆标准贮存溶液:称取0.353 g 氯化锆酰($\omega_{\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}} \geq 99.99\%$),加入30 mL~40 mL 盐酸溶液(2.3.5)溶解,移入100 mL 塑料容量瓶中,用纯水(2.3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 锆。

2.3.38 钼标准贮存溶液:称取0.184 g 钼酸铵($\omega_{(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}} \geq 99.99\%$),加入50 mL 纯水(2.3.1),低温加热溶解,冷却至室温,移入100 mL 塑料容量瓶中,用纯水(2.3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg 钼。

2.3.39 混合标准溶液A1:在200 mL 塑料容量瓶中先加40 mL 盐酸(2.3.2)后,分别移取2.3.00 mL(2.3.10~2.3.28)标准贮存溶液,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液1 mL含25 μg 银、铜、铁、铅、铋、镁、镍、锰、铬、锌、砷、钴、钙、钾、锂、钠、钒、镉、铯、铝。

2.3.40 混合标准溶液B1:在200 mL 塑料容量瓶中先加40 mL 盐酸(2.3.2)后,分别移取2.3.00 mL(2.3.29~2.3.38)标准贮存溶液,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含25 μg 铈、钡、铂、铑、钛、锡、硅、碲、锆、钼。

2.3.41 混合标准溶液A2:在200 mL 塑料容量瓶中先加40 mL 盐酸(2.3.2)后,分别移取8.00 mL(2.3.10~2.3.28)标准贮存溶液,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含40 μg 银、铜、铁、铅、铋、镁、镍、锰、铬、锌、砷、钴、钙、钾、锂、钠、钒、镉、铯、铝。

2.3.42 混合标准溶液B2:在200 mL 塑料容量瓶中先加40 mL 盐酸(2.3.2)后,分别移取8.00 mL(2.3.29~2.3.38)标准贮存溶液,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含40 μg 铈、钡、铂、铑、钛、锡、硅、碲、锆、钼。

2.3.43 金基体标准储备液配制:称取40.000 g 精确至0.0001 g 纯金(2.3.10),置于500 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入200 mL 混合酸(2.3.7),低温加热至溶液清亮,用纯水(2.3.1)转入1 L 塑料容量瓶中,补加200 mL 混合酸(2.3.7),用纯水(2.3.1)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含40 mg 金。

2.3.44 可分取单元标准溶液储备液(2.3.10~2.3.38)配制多元素混合标准溶液,也可使用市售有证标准溶液。

2.3.45 氩气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。

2.4 仪器及工作参数

2.4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——分辨率：200 nm 时光学分辨率不大于 0.008 nm；400 nm 时光学分辨率不大于 0.020 nm。

——仪器稳定性：在仪器的最佳工作条件下，用 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铜标准溶液测量 11 次，其发射强度的相对标准偏差不超过 2.0%。

推荐的电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件参数见表 2。

表 2

功率 (W)	雾化室气流量 (L/min)	观测高度 (mm)	泵流量 (L/min)	等离子体流量 (L/min)	辅助气体流量 (L/min)	时间 (s)	观测方 式
1500	0.70	15	0.70	15	0.2	5	轴向

2.4.2 分析天平：感量 0.1mg。

2.4.3 电热板。

2.5 分析步骤

2.5.1 试样

将试样碾成 1 mm 厚的薄片，用不锈钢剪刀剪成屑状，放入聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 乙醇(2.3.8)，于电热板上加热煮沸 5 min 后取下，将乙醇倾去，再用水洗涤金片 3 次。加入 20 mL 盐酸(2.3.1)，加热煮沸 5 min，倾去盐酸，再用水洗涤金屑 3 次。将金屑用无尘纸包裹，于 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干后取出备用。

2.5.1.1 试料

称取 1.000 g，精确至 0.0001g。

2.5.1.2 测定次数

独立进行两次测定，取其平均值。

2.5.1.3 空白试验

随同试料做空白试验。

2.5.2 试样的分解和测定

2.5.2.1 试样的分解

将试料(2.5.1)置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 混合酸(2.3.7)，盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解样品，浓缩至约 5 mL 时取下冷却至室温。用盐酸(2.3.5)冲洗表面皿和杯壁，移入 50 mL 塑料容量瓶中，用盐酸(2.3.5)稀释至刻度，混匀。

2.5.2.2 测定

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的仪器工作条件下，测量试液及随同试料空白中被测元素的谱线强度，扣除空白值，从工作曲线上确定被测元素的质量浓度。

注：使用电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钡、铬、铂、铈、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铍、铝含量时，如出现谱线干扰(可能干扰见附录 A)，可使用多谱线拟合(MSF)法进行消除。

2.5.3 工作曲线的绘制

分别于两组各 8 个 100mL 塑料容量瓶中分别先加入 2.5mL 混合酸(2.3.7)，50.00mL 金基体溶液(2.3.43)，再加入混合标准溶液 A1(2.3.39) 0.00 mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL、8.00 mL、20.00 mL；加入混合标准溶液 A2(2.3.41) 25.00 mL、35.00 mL，以盐酸(2.3.5)稀释至刻度，混匀。标准溶液质量浓度见表 3。

分别于两组各 8 个 100mL 塑料容量瓶中分别先加入 2.5mL 混合酸(2.3.7)，50.00mL 金基体溶液(2.3.43)，

再加入混合标准溶液 B1 (2.3.40) 0.00 mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL、8.00 mL、20.00 mL；加入混合标准溶液 B2 (2.3.42) 25.00 mL、35.00 mL,以盐酸 (2.3.5) 稀释至刻度，混匀。标准溶液质量浓度见表 3。

表 3 标准溶液质量浓度(μg/mL)

序号	元素	STD-1	STD-2	STD-3	STD-4	STD-5	STD-6	STD-7	STD-8
A 组	Ag、Fe、Cu、Pb、Bi、Mg、Ni、 Mn、Cr、Zn、V、Co、Na、As、 K、Ca、Li、Cd、Re、Al	0.00	0.10	0.25	0.50	2.00	5.00	10.00	14.00
B 组	Sb、Sn、Pd、Pt、Rh、Ti、Si、 Te、Zr、Mo	0.00	0.10	0.25	0.50	2.00	5.00	10.00	14.00

与试液测定相同条件下，测量系列标准工作溶液中各元素的强度，以被测元素的浓度为横坐标、信号强度为纵坐标，由仪器自动绘制工作曲线。

2.5.4 分析结果的计算

按公式(1)计算待测元素的质量分数 $\omega(X)$ ，数值以 % 表示：

$$\omega(x) = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

x ——待测元素；

ρ_x ——试料溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

ρ_0 ——空白溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

V ——试料及空白溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

m ——试料质量，单位为克 (g)；

计算结果表示至小数点后四位。

3 结果与讨论

3.1 仪器条件选择

3.1.1 仪器条件实验

测试条件的不同，会直接影响实验的测试结果，因此，在测试之前，要确认仪器的最优测试条件。配制质量浓度为金 20mg/mL，杂质含量为 1.0 μg/mL 的溶液，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在等离子体冷却气及辅助气不变；进样速率为 1.5mL / min 不变；观测高度不变；按不同分析功率、雾化气流量等仪器条件下测定其激发强度，选择了本实验室的最佳仪器测量参数如下表 4。

表 4 仪器工作条件

测定条件	雾化室气流量	辅助气流量	冷却气流速	预燃时间	积分时间
参数值	0.7L/min	0.2L/min	10L/min	35s	5s
测定条件	分析功率	观测高度	观测方式	积分方式	进样速率
参数值	1500w	15mm	轴向观测	峰面积	1.5mL/min

3.1.2 各杂质元素测定谱线的选择

由于测定微量元素时存在金基体的影响,在厂家推荐的仪器工作条件下,每个待测元素选择2~4条谱线,建立ICP-AES测定方法。对混合杂质元素标准溶液进行测定,制作工作曲线,再测定金基体溶液。根据每一条谱线测得的强度值、波峰形状和基线情况,波峰尖锐、基线平滑、无干扰峰或干扰峰较小的谱线作为测定谱线;同时查看每一条谱线的线性系数和测定结果,选择线性相关系数 ≥ 0.999 ,且测定结果接近零的谱线。经选择确定各杂质元素测定推荐谱线波长见表5。

表5 待测元素的推荐谱线选择

元素	波长/nm	元素	波长/nm	元素	波长/nm	元素	波长/nm
Al	394.401	Cu	324.752	Na	589.592	Si	251.611
Ag	328.068	Fe	259.939	Pt	265.945	Ti	336.121
As	188.979	K	766.490	Pd	340.458	Te	214.281
Bi	190.171	Li	610.362	Pb	220.353	V	292.402
Cr	267.716	Mg	285.213	Re	197.248	Zn	213.857
Co	228.616	Mn	259.372	Rh	343.489	Zr	343.823
Ca	317.933	Mo	202.031	Sb	217.582		
Cd	226.502	Ni	231.604	Sn	189.927		

3.1.3 背景干扰更正

光谱仪有自动背景校正功能,用合成样或试样进样作光谱图,参照计算机屏幕上所显示的每条谱线子陈列图及标识的谱线,背景与校正后的强度值,在谱线峰两侧选择背景扣除的最低值波长位置,并输入计算机,分析时自动进行背景校正。

3.2 确定称样量、介质、标准基体、酸度

3.2.1 试样量的确定

在其他条件一定的情况下,分别称取0.50g、1.00g、2.00g金样品1#加入含1.00ug/mL各杂质元素溶液(A、B两组标准中间液分别加入,定容体积均为50mL),分析对各杂质元素回收率的影响,实验结果见表6。

表6 试样量的确定试验

序号	元素	加入量 ug/mL	1%1#含量(%)		RSD	2%1#含量(%)		RSD	4%1#含量(%)		RSD
1	Al	1	0.00505	0.00496	1.27	0.00496	0.00491	0.65	0.00481	0.00487	0.88
2	Ag	1	0.00524	0.00543	2.52	0.00599	0.00594	0.53	0.00577	0.00575	0.31
3	As	1	0.00538	0.00555	2.27	0.00555	0.00550	0.58	0.00533	0.00531	0.33
4	Bi	1	0.00633	0.00623	1.07	0.00601	0.00603	0.29	0.00570	0.00568	0.31
5	Cr	1	0.00594	0.00599	0.59	0.00565	0.00564	0.06	0.00505	0.00505	0.00
6	Co	1	0.00618	0.00621	0.34	0.00598	0.00597	0.18	0.00589	0.00581	0.97
7	Ca	1	0.00634	0.00554	9.47	0.00561	0.00567	0.75	0.00556	0.00557	0.19
8	Cd	1	0.00588	0.00590	0.30	0.00583	0.00580	0.43	0.00595	0.00594	0.12
9	Cu	1	0.00612	0.00612	0.00	0.00606	0.00607	0.17	0.00589	0.00596	0.84
10	Fe	1	0.00673	0.00677	0.37	0.00667	0.00663	0.37	0.00686	0.00671	1.56
11	K	1	0.00483	0.00473	1.55	0.00487	0.00497	1.44	0.00484	0.00484	0.07
12	Li	1	0.00543	0.00547	0.58	0.00569	0.00559	1.19	0.00586	0.00589	0.42
13	Mg	1	0.00538	0.00530	1.06	0.00525	0.00521	0.61	0.00500	0.00506	0.84
14	Mn	1	0.00623	0.00624	0.17	0.00614	0.00613	0.17	0.00586	0.00591	0.60

15	Ni	1	0.00622	0.00621	0.06	0.00611	0.00608	0.29	0.00589	0.00585	0.54
16	Na	1	0.00537	0.00463	10.54	0.00503	0.00522	2.55	0.00522	0.00519	0.34
17	Pb	1	0.00631	0.00620	1.30	0.00594	0.00597	0.42	0.00563	0.00568	0.63
18	Re	1	0.00531	0.00532	0.07	0.00532	0.00536	0.60	0.00533	0.00528	0.60
19	V	1	0.00549	0.00545	0.45	0.00534	0.00536	0.26	0.00507	0.00513	0.76
20	Zn	1	0.00613	0.00605	0.99	0.00588	0.00590	0.24	0.00573	0.00571	0.25
21	Mo	1	0.00565	0.00559	0.69	0.00537	0.00544	0.98	0.00518	0.00516	0.27
22	Pt	1	0.00600	0.00601	0.12	0.00593	0.00595	0.30	0.00591	0.00582	1.15
23	Pd	1	0.00605	0.00606	0.06	0.00595	0.00602	0.83	0.00590	0.00598	0.89
24	Rh	1	0.00582	0.00584	0.30	0.00579	0.00577	0.18	0.00558	0.00569	1.44
25	Sb	1	0.00577	0.00585	0.97	0.00559	0.00558	0.13	0.00529	0.00533	0.47
26	Sn	1	0.00574	0.00568	0.81	0.00557	0.00568	1.45	0.00568	0.00563	0.69
27	Si	1	0.00436	0.00414	3.66	0.00443	0.00455	1.97	0.00432	0.00431	0.16
28	Ti	1	0.00516	0.00520	0.55	0.00501	0.00498	0.50	0.00462	0.00469	1.14
29	Te	1	0.00541	0.00548	0.91	0.00584	0.00590	0.66	0.00669	0.00633	3.97
30	Zr	1	0.00511	0.00516	0.62	0.00503	0.00499	0.56	0.00470	0.00478	1.19

表6结果表明:1%金基体 RSD 在 0.00~10.54,2%金基体 RSD 在 0.06~2.55,4%金基体 RSD 在 0.00~3.97。样量多具有代表性好的优点,但金基体过高,所需量大,不利于测定;称样量少,所含杂质元素会达不到测定工作曲线的下限。因此,选择称样量为 1.00 克,定容体积 50mL。

3.2.2 试样介质

在其他条件一定的情况下,分别用盐酸(1+9)、混合酸(1+9)冲洗表面皿和杯壁,移入 50mL 塑料容量瓶中,加入含 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 混合标准溶液,分别用盐酸(1+9)、混合酸(1+9)定容,测定不同介质对测定元素的影响。试验结果见表 7。

表 7 试样介质试验

序号	元素	加入量 ug/mL	(1+9) 盐酸 ($\mu\text{g/mL}$)					(1+9) 混合酸 ($\mu\text{g/mL}$)				
			扣减空白后测定值 1	扣减空白后测定值 2	平均值	RSD/%	回收率/%	扣减空白后测定值 1	扣减空白后测定值 2	平均值	RSD/%	回收率/%
1	Al	1	0.991	0.982	0.987	0.65	98.65	1.033	1.012	1.022	1.45	102.22
2	Ag	1	1.024	0.999	1.012	1.75	101.15	0.944	0.947	0.946	0.17	94.56
3	As	1	0.993	0.984	0.989	0.64	98.85	0.967	1.011	0.989	3.17	98.89
4	Bi	1	1.021	1.026	1.024	0.35	102.35	1.017	1.077	1.047	4.07	104.69
5	Cr	1	1.005	1.004	1.005	0.07	100.45	1.018	1.026	1.022	0.53	102.19
6	Co	1	1.016	1.013	1.015	0.21	101.45	1.018	1.035	1.026	1.23	102.65
7	Ca	1	0.984	0.996	0.990	0.86	99.00	1.180	1.181	1.181	0.04	118.08
8	Cd	1	1.004	0.997	1.001	0.49	100.05	1.005	1.012	1.008	0.48	100.84
9	Cu	1	0.991	0.994	0.993	0.21	99.25	1.051	1.043	1.047	0.56	104.73
10	Fe	1	0.987	0.98	0.984	0.50	98.35	1.061	1.028	1.045	2.22	104.47
11	K	1	0.974	0.994	0.984	1.44	98.40	0.945	0.968	0.956	1.73	95.62
12	Li	1	0.985	0.966	0.976	1.38	97.55	0.934	0.948	0.941	0.99	94.10
13	Mg	1	1.008	0.999	1.004	0.63	100.35	1.002	1.002	1.002	0.02	100.17

14	Mn	1	1.016	1.013	1.015	0.21	101.45	1.048	1.046	1.047	0.08	104.70
15	Ni	1	1.023	1.018	1.021	0.35	102.05	1.038	1.052	1.045	1.00	104.50
16	Na	1	1.006	1.043	1.025	2.55	102.45	0.965	1.059	1.012	6.55	101.17
17	Pb	1	0.999	1.006	1.003	0.49	100.25	1.039	1.051	1.045	0.86	104.51
18	Re	1	1.029	1.038	1.034	0.62	103.35	1.069	1.073	1.071	0.32	107.09
19	V	1	1.029	1.033	1.031	0.27	103.10	1.029	1.024	1.026	0.33	102.63
20	Zn	1	0.991	0.995	0.993	0.28	99.30	1.033	1.016	1.024	1.13	102.44
21	Mo	1	1.061	1.076	1.069	0.99	106.85	1.042	1.044	1.043	0.15	104.28
22	Pt	1	1.003	1.008	1.006	0.35	100.55	1.024	0.999	1.012	1.81	101.15
23	Pd	1	1.017	1.031	1.024	0.97	102.40	1.007	1.019	1.013	0.82	101.30
24	Rh	1	0.993	0.99	0.992	0.21	99.15	1.020	1.017	1.019	0.20	101.87
25	Sb	1	0.981	0.979	0.980	0.14	98.00	1.007	0.981	0.994	1.85	99.37
26	Sn	1	0.957	0.980	0.969	1.68	96.85	1.015	1.021	1.018	0.44	101.82
27	Si	1	1.077	1.092	1.085	0.98	108.45	0.965	1.059	1.012	6.55	101.17
28	Ti	1	1.002	0.995	0.999	0.50	99.85	1.007	1.009	1.008	0.11	100.80
29	Te	1	1.034	1.045	1.040	0.75	103.95	0.994	0.980	0.987	1.02	98.69
30	Zr	1	1.006	0.998	1.002	0.56	100.20	1.009	1.007	1.008	0.16	100.83

表7结果表明：在(1+9)稀盐酸介质下，回收率在96.85%~108.45%，RSD在0.07%~2.55%。在(1+9)稀王水介质下，回收率在94.10%~118.08%，RSD在0.02%~6.55%。综上所述，试样介质对所测元素影响不大，综合考虑选择稀盐酸(1+9)作为试样介质。

3.2.3 定容酸度

在其他条件一定的情况下，上机待测溶液的盐酸浓度分别为1+19，1+9，1+4，分析对各杂质元素回收量的影响，实验结果见表8。

表8 定容酸度试验

序号	元素	加入量 μg/mL	1+19 盐酸			1+9 盐酸			1+4 盐酸		
			扣减空白后测定平均值 μg/mL	RSD/%	回收率/%	扣减空白后测定平均值 μg/mL	RSD/%	回收率/%	扣减空白后测定平均值 μg/mL	RSD/%	回收率/%
1	Al	1	1.026	0.55	102.60	0.996	0.43	99.60	0.981	0.94	98.05
2	Ag	1	0.795	0.18	79.50	1.012	1.75	101.15	1.015	0.49	101.45
3	As	1	1.066	3.71	106.60	0.995	4.26	99.50	0.987	1.43	98.70
4	Bi	1	0.846	2.01	84.60	0.909	1.40	90.90	0.935	3.25	93.45
5	Cr	1	1.036	0.00	103.60	1.022	0.28	102.20	1.008	0.42	100.80
6	Co	1	1.018	0.56	101.80	1.013	0.07	101.25	0.988	0.21	98.75
7	Ca	1	1.060	0.93	106.00	1.017	1.04	101.65	0.979	2.74	97.90
8	Cd	1	1.024	0.55	102.40	1.009	0.63	100.85	0.982	0.58	98.20
9	Cu	1	1.047	0.54	104.70	1.039	0.07	103.85	1.020	0.42	102.00
10	Fe	1	1.056	1.81	105.55	1.022	0.76	102.15	1.011	0.49	101.05
11	K	1	1.067	2.78	106.70	1.021	1.25	102.10	0.936	1.74	93.55
12	Li	1	0.976	3.62	97.60	0.963	2.13	96.25	1.002	0.99	100.20

13	Mg	1	1.033	0.62	103.25	1.013	0.35	101.25	0.995	0.36	99.45
14	Mn	1	1.041	0.00	104.10	1.027	0.14	102.70	1.002	0.00	100.20
15	Ni	1	1.040	0.95	104.00	1.015	0.49	101.45	1.003	0.85	100.30
16	Na	1	1.056	2.81	105.60	1.142	4.15	114.15	0.980	3.32	98.00
17	Pb	1	1.031	2.26	103.05	0.999	1.27	99.90	1.004	1.13	100.40
18	Re	1	1.047	0.07	104.65	1.047	0.74	104.65	1.057	0.13	105.70
19	V	1	1.154	1.29	115.35	1.126	0.13	112.60	1.126	0.31	112.55
20	Zn	1	1.109	1.08	110.85	1.077	0.26	107.70	1.072	1.06	107.20
21	Mo	1	1.096	2.71	109.60	1.145	0.06	114.45	1.171	0.36	117.10
22	Pt	1	1.042	2.10	104.15	1.026	0.96	102.60	0.989	3.29	98.90
23	Pd	1	1.001	1.84	100.10	1.012	3.15	101.15	0.979	1.08	97.85
24	Rh	1	1.009	1.54	100.90	1.026	2.76	102.60	0.996	1.28	99.60
25	Sb	1	1.044	2.91	104.35	1.042	0.61	104.15	1.000	1.84	100.00
26	Sn	1	1.060	2.07	105.95	1.048	0.61	104.75	1.043	2.37	104.25
27	Si	1	0.943	0.15	94.30	1.085	0.98	108.45	1.035	0.34	103.45
28	Ti	1	1.014	2.30	101.35	1.064	0.40	106.40	0.984	1.87	98.40
29	Te	1	1.112	5.85	111.20	1.084	3.46	108.35	1.047	0.81	104.70
30	Zr	1	1.020	2.01	101.95	1.024	0.07	102.35	0.980	1.30	98.00

表 8 结果表明：在 (1+19) 盐酸介质下，回收率在 79.50%~115.35%，RSD 在 0.00%~5.85%。在 (1+9) 盐酸介质下，回收率在 90.90%~114.45%，RSD 在 0.07%~4.26%；在 (1+4) 盐酸介质下，回收率在 84.60%~115.35%，RSD 在 0.00%~3.32%。综上所述，定容酸度对所测元素影响不大，综合考虑选择稀盐酸 (1+9) 作为试样介质。

3.2.4 标准基体的选择

配制浓度分别为 1%，2%，4%，金基体并含待测元素浓度为 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液，分别采用无金基体标准曲线和金基体标准曲线测定各元素的浓度，分析对各杂质元素回收率的影响，结果见表 9 和表 10。

表 9 无金基体标准曲线测定各元素的浓度回收率

序号	元素	杂质元素 加入量 $\mu\text{g/mL}$	1%金基体 平均回收 率%	1%金基体 扣空白回 收率%	2%金基体 回收率%	2%金基体 扣空白回 收率%	4%金基体 回收率%	4%金基体 扣空白回 收率%
1	Al	1	98.10	95.10	96.40	94.10	94.10	91.90
2	Ag	1	82.90	84.30	97.60	99.80	99.80	101.50
3	As	1	97.45	97.05	98.45	102.15	97.25	99.85
4	Bi	1	109.40	70.10	97.60	89.20	91.35	87.45
5	Cr	1	101.35	93.05	97.00	92.00	86.00	87.20
6	Co	1	93.20	96.10	89.60	93.60	81.80	87.70
7	Ca	1	110.90	109.60	101.65	99.45	101.75	100.15
8	Cd	1	90.45	91.35	89.90	89.10	87.85	83.45
9	Cu	1	104.75	86.85	101.20	97.20	98.80	95.70
10	Fe	1	75.35	74.35	74.30	72.20	72.70	68.30
11	K	1	84.70	78.50	86.65	80.35	86.30	80.30
12	Li	1	111.50	107.80	117.30	113.70	121.35	117.65

13	Mg	1	95.10	95.40	92.70	93.10	89.10	89.90
14	Mn	1	95.70	97.20	93.85	95.55	89.90	91.50
15	Mo	1	82.80	80.20	83.80	80.00	80.90	75.80
16	Ni	1	91.15	91.15	88.45	88.55	86.00	85.30
17	Na	1	131.70	117.70	126.75	102.75	122.35	101.45
18	Pt	1	91.05	97.45	91.20	97.40	88.90	95.70
19	Pd	1	93.90	93.10	96.30	95.20	96.90	95.00
20	Pb	1	93.25	92.35	87.10	85.30	82.45	77.85
21	Re	1	88.00	88.10	88.40	85.00	89.60	82.20
22	Rh	1	97.35	96.55	99.45	98.55	98.50	97.60
23	Sb	1	73.75	75.05	70.45	70.35	67.75	69.65
24	Sn	1	79.20	78.30	79.65	79.15	79.05	75.55
25	Si	1	97.15	102.85	97.50	105.20	92.65	99.95
26	Ti	1	91.50	94.70	90.85	92.15	85.10	88.30
27	Te	1	91.95	86.45	100.90	90.30	109.85	91.75
28	V	1	72.65	73.15	73.40	72.00	71.35	69.05
29	Zn	1	87.80	90.40	88.40	91.60	83.10	86.10
30	Zr	1	93.70	96.70	93.10	96.20	88.65	91.85

表 10 金基体标准曲线测定各元素的回收率

序号	元素	杂质元素 加入量 μ g/mL	1%金基体 平均回收 率%	1%金基体 扣空白回 收率%	2%金基体 回收率%	2%金基体 扣空白回 收率%	4%金基体 回收率%	4%金基体 扣空白回 收率%
1	Al	1	103.05	105.35	99.05	101.75	96.85	98.95
2	Ag	1	86.30	83.40	101.15	96.05	98.60	98.60
3	As	1	101.40	105.10	105.10	108.00	104.85	108.05
4	Bi	1	85.45	103.55	83.40	97.20	78.55	91.95
5	Cr	1	108.50	109.30	102.60	107.10	90.85	102.65
6	Co	1	106.00	109.50	100.70	105.30	91.85	98.75
7	Ca	1	112.40	115.30	100.45	102.75	100.60	103.20
8	Cd	1	102.25	110.95	100.60	107.10	98.20	100.50
9	Cu	1	104.35	102.95	102.00	100.20	99.05	97.45
10	Fe	1	103.45	106.75	100.90	103.20	98.10	97.40
11	K	1	100.70	94.60	101.50	94.70	100.80	94.70
12	Li	1	93.40	89.20	97.80	93.60	101.10	96.90
13	Mg	1	104.85	108.65	100.80	104.70	96.70	100.90
14	Mn	1	105.10	111.20	102.50	108.60	97.55	103.55
15	Mo	1	109.45	94.15	109.70	92.50	102.40	85.90
16	Ni	1	103.70	108.60	102.50	106.10	99.15	101.65
17	Na	1	122.40	118.20	113.60	100.60	111.55	99.25
18	Pt	1	103.90	105.20	105.55	107.35	100.25	103.35

19	Pd	1	100.05	101.25	100.60	101.40	101.90	101.70
20	Pb	1	106.85	115.45	103.05	108.95	95.10	99.00
21	Re	1	102.05	102.25	105.75	103.25	105.05	99.05
22	Rh	1	101.85	102.25	101.90	102.30	101.80	102.10
23	Sb	1	106.20	102.00	102.35	99.55	97.60	96.00
24	Sn	1	104.80	106.10	106.80	104.40	103.45	97.35
25	Si	1	105.00	111.00	108.45	112.15	104.30	104.80
26	Ti	1	108.10	108.20	107.35	107.35	99.80	99.70
27	Te	1	97.90	106.10	108.40	108.70	117.65	105.85
28	V	1	111.85	98.55	108.90	95.70	103.75	91.65
29	Zn	1	112.70	119.20	108.65	115.25	101.40	107.70
30	Zr	1	103.90	106.40	103.20	105.70	97.25	99.85

表 9、表 10 结果表明：采用无金基体标准曲线测量各杂质元素，1%金基体回收率在 73.15%~131.70%，1%金基体扣空白回收率在 70.10%~117.70%；2%金基体回收率在 70.45%~126.75%，2%金基体扣空白回收率在 70.35%~113.70%；4%金基体回收率在 67.75%~122.35%，4%金基体扣空白回收率在 68.30%~117.65%。采用金基体标准曲线测量各杂质元素，1%金基体回收率在 85.45%~131.70%，1%金基体扣空白回收率在 83.40%~119.20%；2%金基体回收率在 83.40%~113.60%，2%金基体扣空白回收率在 92.50%~115.25%；4%金基体回收率在 78.55%~117.65%，4%金基体扣空白回收率在 85.90%~108.05%。综上所述，选择浓度为 2% 金基体，采用金基体标准曲线进行杂质元素的测量较为合适。

3.3 干扰试验

称取 1.00g 高纯金样品，移取 1 mL 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的三十种各杂质元素 2 份，分别与 0.2mL 25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的混合标液 A 和 B，按 2.5.2.1 转移到 50 毫升塑料容量瓶定容，上机，进行全过程干扰回收，分析干扰元素对其他元素回收率的影响，结果见表 11-1 至 11-3。

备注：

1) 根据仪器型号及性能状态不同，受到的干扰程度和适用波长可能有所不同。

2) 条件允许下可使用三通阀进行测量，即保持标准曲线不变得情况下，高纯金含量、混合标液 A、B 和三十种各杂质元素含量均放大一倍，体系含量不变。（一端连接放大一倍数含量的金基体混合标液 A/B，一端连接放大一倍数含量的三十种各杂质元素）

表 11-1 干扰元素对 0.1mg/L 待测元素回收率的影响

回收率	Al 394.401 (%)	Ag 328.068 (%)	As 188.979 (%)	Bi 190.171 (%)	Cr 267.716 (%)	Co 228.616 (%)	Ca 317.933 (%)	Cd 226.502 (%)	Cu 324.752 (%)	Fe 259.939 (%)
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAl		93.65	87.75	100.92	116.85	103.57	107.05	107.64	114.78	113.14
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAg	111.97		90.27	103.18	111.66	106.97	98.82	117.77	114.26	114.76
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAs	105.67	106.41		108.98	114.15	107.56	109.44	108.44	113.75	114.83
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmBi	109.54	107.29	108.65		117.49	114.05	109.01	114.81	114.68	118.20
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCr	100.04	99.79	97.21	111.05		113.69	92.54	116.46	109.19	108.44
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCo	104.45	99.26	106.34	91.65	118.99		118.11	110.49	105.97	118.35
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCa	103.82	99.29	96.60	84.30	119.65	115.12		113.91	112.39	113.28
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCd	105.57	99.93	117.25	90.00	101.45	113.82	110.81		115.39	115.08
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCu	107.05	107.61	104.27	93.26	115.59	111.39	118.41	113.73		118.45

2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmFe	107.71	86.10	86.19	97.00	111.36	110.75	89.66	117.80	116.69	
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmK	100.80	97.34	83.34	96.02	106.99	108.14	106.46	111.44	113.52	114.62
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmLi	103.43	92.21	101.50	106.01	104.14	103.97	103.98	106.80	112.53	109.85
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMg	108.17	96.09	93.51	88.97	105.29	103.61	105.08	107.75	114.57	114.27
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMn	105.79	109.06	89.32	99.24	105.94	111.59	115.05	112.84	117.25	117.48
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmNi	100.34	96.89	114.54	116.92	97.65	111.82	102.62	118.29	116.83	115.05
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmNa	110.33	101.33	97.13	88.79	101.46	113.83	116.26	116.05	115.14	113.10
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPb	96.78	99.70	86.01	111.18	100.22	109.23	109.09	113.38	108.51	118.26
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmRe	95.41	105.92	102.28	114.60	107.93	112.60	118.02	106.50	113.90	119.93
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmV	88.72	104.63	84.97	109.12	96.28	112.58	107.83	118.16	114.90	112.47
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmZn	113.96	104.35	92.25	107.79	103.13	112.20	109.06	116.25	118.17	119.88
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMo	104.25	107.86	117.13	112.37	103.14	108.20	100.73	113.37	110.56	102.10
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPt	110.81	96.25	105.32	108.76	97.71	103.89	98.40	101.61	108.27	119.33
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPd	97.05	92.62	102.16	105.01	95.09	101.16	85.86	96.80	105.22	108.35
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmRh	90.36	110.36	81.84	117.31	94.50	102.76	113.82	101.27	105.45	113.39
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSb	109.52	92.62	109.12	88.37	97.15	98.78	90.46	96.47	105.32	107.34
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSn	98.21	92.15	115.09	103.26	95.60	100.29	81.83	96.22	105.69	105.48
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSi	118.45	100.65	90.81	119.34	93.96	104.13	97.52	115.00	107.99	111.37
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmTi	86.69	88.91	115.78	93.39	95.58	87.20	98.78	100.52	97.64	119.64
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmTe	91.87	87.38	85.26	109.08	99.23	96.42	86.22	83.51	98.54	102.31
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmZr	87.75	107.02	86.05	107.11	92.03	93.06	113.90	88.12	97.01	94.53

表 11-2 干扰元素对 0.1mg/L 待测元素回收率的影响

回收率	K 766.490 (%)	Mg 285.213 (%)	Mn 259.372 (%)	Ni 231.604 (%)	Na 589.592 (%)	Pb 220.353 (%)	Re 197.248 (%)	V 292.402 (%)	Zn 213.857 (%)	Li 610.362 (%)
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAl	114.23	93.20	105.43	104.90	111.25	111.21	109.70	113.10	101.61	108.81
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAg	107.98	106.35	107.85	112.31	99.95	109.58	109.38	112.95	112.11	110.20
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAs	112.32	95.53	109.70	112.48	101.17	116.90	114.80	113.11	104.16	109.25
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmBi	102.32	104.55	117.04	119.13	110.08	109.45	110.72	114.93	112.37	111.42
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCr		106.66	111.01	118.71	116.32	92.68	111.42	90.92	111.02	102.79
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCo	102.58	97.80	113.36	107.36	95.61	101.78	113.20	113.80	107.53	107.97
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCa	106.08	100.67	111.64	114.82	109.66	117.37	111.86	112.32	111.07	99.43
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCd	102.01	95.87	111.40	117.04	97.67	116.08	110.82	114.17	107.56	110.37
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCu	111.46	97.38	112.12	116.72	99.17	103.60	116.19	113.38	102.11	111.19
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmFe	102.51	99.35	116.45	115.97	100.90	116.54	117.20	113.41	112.15	109.41
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmK		94.55	107.63	112.17	113.04	115.02	115.35	113.67	105.15	105.82
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmLi	105.69	100.98	103.47	108.97	118.14	107.18	112.36	113.33	102.30	
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMg	110.79		106.70	109.77	102.34	108.88	113.05	116.12	103.91	111.52
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMn	113.97	119.34		117.02	99.02	116.96	114.78	113.76	111.97	106.88
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmNi	103.77	95.75	118.46		93.44	103.38	115.36	116.20	107.06	107.83
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmNa	113.26	96.28	114.39	109.15		106.90	111.90	114.46	112.70	109.05
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPb	113.51	96.16	111.07	118.88	101.50		115.01	115.29	106.45	113.03

2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmRe	108.41	103.38	116.76	115.09	112.37	111.47		115.36	83.76	112.14
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmV	108.91	87.34	116.15	118.12	99.68	112.87	109.92		112.68	111.61
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmZn	109.69	106.79	114.34	115.25	116.26	107.99	115.47	116.18		110.27
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMo	113.55	98.54	92.40	114.78	104.39	116.02	117.44	98.45	112.96	109.30
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPt	106.48	98.69	105.81	106.52	97.26	110.62	115.62	114.97	100.81	108.28
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPd	114.63	94.64	100.81	104.93	97.12	109.76	104.31	116.78	97.16	107.22
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmRh	112.18	94.17	103.84	105.69	95.08	114.24	107.78	106.65	99.93	106.40
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSb	104.54	94.68	100.90	106.29	98.93	99.72	102.27	115.92	93.17	109.03
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSn	105.56	94.92	99.96	96.45	107.16	112.50	100.21	117.90	95.63	108.98
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSi	107.20	105.89	105.76	110.47		108.73	97.81	97.10	113.49	109.62
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmTi	107.74	89.35	102.87	100.15	108.89	97.84	94.53	99.01	97.66	113.14
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmTe	109.79	88.22	98.71	95.97	90.47	104.06	92.95	115.07	92.41	108.30
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmZr	107.43	87.44	95.49	91.80	99.56	104.06	103.71	85.68	88.74	110.62

表 11-3 干扰元素对 0.1mg/L 待测元素回收率的影响

回收率	Mo 202.031 (%)	Pt 265.945 (%)	Pd 340.458 (%)	Rh 343.489 (%)	Sb 217.582 (%)	Sn 189.927 (%)	Si 251.611 (%)	Ti 336.121 (%)	Te 214.281 (%)	Zr 343.823 (%)
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAl	111.74	113.03	98.34	101.90	115.79	90.76	102.52	105.26	88.51	106.76
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAg	109.84	108.32	91.73	84.01	100.19	103.31	113.69	105.36	83.63	106.89
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmAs	115.92	112.81	103.08	102.52	95.88	105.62	103.58	106.39	80.22	109.08
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmBi	109.41	113.28	99.88	102.66	98.03	97.90	97.74	109.27	89.51	111.40
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCr	113.22	106.21	98.92	88.15	112.04	84.44	98.13	106.01	101.87	108.33
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCo	113.75	110.72	90.14	93.19	99.94	91.93	87.76	98.14	87.56	107.09
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCa	111.02	112.30	105.71	103.71	106.60	81.65	107.67	105.05	110.64	107.17
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCd	115.60	116.22	96.18	96.57	106.74	85.44	87.66	108.39	85.03	109.82
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmCu	115.64	114.77	107.17	104.22	90.11	111.92	110.03	108.31	100.63	109.98
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmFe	111.83	93.40	85.04	103.11	111.43	104.67	94.02	107.62	110.12	109.76
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmK	112.80	113.10	96.11	97.36	109.92	94.28	93.22	105.25	115.75	106.31
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmLi	108.82	118.73	96.78	97.68	116.51	98.48	117.09	105.58	86.55	107.03
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMg	106.24	102.96	96.82	96.92	108.52	91.43	91.74	103.16	115.06	103.66
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMn	111.02	108.17	105.92	107.71	91.61	94.93	100.25	109.31	118.15	108.52
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmNi	108.55	118.36	102.68	102.80	106.93	91.68	102.24	86.62	83.79	109.30
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmNa	111.24	112.62	98.08	99.63	92.20	91.02	94.23	105.94	112.58	107.53
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPb	111.10	114.23	101.56	104.01	88.96	92.71	103.09	107.28	118.96	109.00
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmRe	106.74	110.99	116.91	112.00	93.60	97.86	103.68	105.69	101.78	106.71
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmV	114.10	101.69	114.73	107.24	111.64	93.22	107.45	90.65	106.94	107.55
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmZn	116.84	110.96	109.26	109.77	112.64	94.87	106.68	106.12	122.10	108.15
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmMo		119.02	80.26	104.67	102.54	100.93	93.40	110.92	96.16	109.92
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPt	105.37		107.48	108.06	93.53	97.88	110.12	103.45	119.25	104.69
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmPd	98.59	115.04		107.03	106.04	99.56	118.35	103.43	115.04	104.52
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmRh	90.01	115.77	115.72		90.57	117.19	87.64	104.77	111.31	106.18
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSb	92.79	109.86	109.03	109.77		98.61	113.86	104.49	84.78	106.38

2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSn	85.80	111.84	108.73	108.09	115.39		109.04	103.92	101.47	105.31
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmSi	81.59	112.86	98.46	107.77	103.77	115.40		111.58	115.78	110.55
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmTi	87.47	112.76	108.38	107.17	117.69	100.92	90.93		98.89	110.40
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmTe	80.31	112.56	106.95	111.51	112.33	97.99	112.59	110.64		107.32
2%金 0.1ppm 待测元素+20ppmZr	84.35	107.13	99.45	105.37	107.20	111.08	96.14	109.33	108.88	

结果表明：

1、2%金基体溶液中含有 20 $\mu\text{g/mL}$ 锆时，选用波长 Pd 340.458nm 进行钯含量测定时，Zr 对其存在负干扰。

2、2%金基体溶液中含有 20 $\mu\text{g/mL}$ 铂时，选用波长 Mo 202.031nm 进行钼含量测定时，Pt 对其存在正干扰。

3、2%金基体溶液中含有 20 $\mu\text{g/mL}$ 锆时，选用波长 Si 251.611nm 进行硅含量测定时，Zr 对其存在严重正干扰。

4、2%金基体溶液中含有 20 $\mu\text{g/mL}$ 钼时，选用波长 As 188.979nm 进行砷含量测定时，Pd 对其存在较严重正干扰。

5、2%金基体溶液中含有 20 $\mu\text{g/mL}$ 钒时，选用波长 Pt 265.945nm 进行铂含量测定时，V 对其存在正干扰。

结论：

在对数据进行积分区域调整及背景校正后能消除大部分干扰。当选用波长 As 188.979nm 进行砷含量测定时，Pd 对其存在正干扰；当选用波长 Pt 265.945nm 进行铂含量测定时，V 对其存在正干扰；当选用波长 Pd 340.458nm 进行钯含量测定时，Zr 对其存在负干扰；当选用波长 Mo 202.031nm 进行钼含量测定时，Pt 对其存在正干扰。使用 MSF 法处理后整体回收率处于 80%~120%之间，回收效果良好。选用波长 Si 251.611nm 进行硅含量测定时，Zr 对其存在正干扰，使用 MSF 法处理后回收率处于 90%~110%之间，回收效果良好。如有其它不在上述元素受到干扰，依据附录 A 进行校正。

3.4 杂质元素的检出限试验

在上述仪器条件下，通过标准溶液制作工作曲线，用 20mg/mL 金基体溶液测定其在各杂质元素所选波长处的质量浓度值（见表 5），平行测定 11 次，计算标准偏差，以标准偏差的 3 倍来作为方法的检出限。以空白标准偏差的 10 倍及试样量 1.00 g、定容体积 50 mL 计算定量下限。金中各杂质元素的检出限及定量下限分别列于表 12 和表 13。

表 12 杂质元素的检出限试验

元素	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)											标准偏差 SD
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
Ag	0.019	0.020	0.020	0.019	0.020	0.019	0.021	0.020	0.020	0.021	0.020	0.0006
Al	0.016	0.023	0.023	0.020	0.019	0.016	0.023	0.022	0.024	0.021	0.024	0.0028
As	-0.038	-0.034	-0.035	-0.036	-0.037	-0.035	-0.030	-0.032	-0.033	-0.050	-0.050	0.0067
Bi	-0.050	-0.066	-0.068	-0.069	-0.055	-0.054	-0.056	-0.062	-0.059	-0.052	-0.054	0.0067
Cr	0.009	0.008	0.011	0.010	0.005	0.004	0.005	0.009	0.011	0.014	0.011	0.0030
Co	-0.001	0.000	-0.002	-0.003	-0.002	-0.002	-0.003	-0.002	0.000	-0.001	0.000	0.0011
Ca	-0.253	-0.254	-0.251	-0.252	-0.255	-0.245	-0.245	-0.243	-0.244	-0.254	-0.257	0.0050
Cd	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.012	0.012	0.012	0.014	0.013	0.013	0.0008

Cu	0.018	0.019	0.019	0.018	0.020	0.019	0.019	0.019	0.020	0.020	0.019	0.0006
Fe	-0.010	-0.009	-0.011	-0.012	-0.010	-0.009	-0.010	-0.011	-0.009	-0.010	-0.010	0.0011
K	0.061	0.057	0.057	0.068	0.061	0.061	0.062	0.057	0.057	0.061	0.061	0.0033
Li	0.016	0.019	0.021	0.018	0.018	0.019	0.018	0.019	0.023	0.024	0.024	0.0026
Mg	0.029	0.030	0.031	0.029	0.029	0.029	0.030	0.031	0.031	0.031	0.031	0.0007
Mn	-0.010	-0.010	-0.010	-0.010	-0.010	-0.011	-0.010	-0.010	-0.011	-0.010	-0.010	0.0003
Ni	-0.006	-0.004	-0.005	-0.006	-0.003	-0.006	-0.004	-0.005	-0.002	-0.002	-0.003	0.0015
Na	-0.046	-0.053	-0.051	-0.043	-0.045	-0.047	-0.040	-0.040	-0.047	-0.045	-0.053	0.0045
Pb	-0.063	-0.062	-0.065	-0.062	-0.063	-0.052	-0.063	-0.054	-0.055	-0.055	-0.057	0.0046
Re	0.010	0.009	0.007	-0.002	0.011	0.004	0.001	-0.001	0.009	0.002	0.004	0.0046
V	0.030	0.031	0.030	0.030	0.031	0.030	0.030	0.031	0.031	0.031	0.032	0.0006
Zn	0.000	-0.002	-0.002	-0.003	-0.002	-0.003	-0.003	-0.004	-0.004	-0.005	-0.005	0.0014
Mo	0.002	0.000	0.000	-0.002	0.002	-0.001	-0.002	0.000	0.000	-0.002	-0.002	0.0015
Pt	0.040	0.039	0.044	0.037	0.044	0.042	0.046	0.045	0.043	0.036	0.045	0.0032
Pd	0.059	0.063	0.059	0.059	0.061	0.059	0.060	0.060	0.060	0.058	0.057	0.0015
Rh	0.075	0.075	0.076	0.076	0.079	0.075	0.073	0.075	0.078	0.073	0.074	0.0019
Sb	-0.004	0.003	-0.005	0.003	-0.003	-0.002	0.008	0.009	-0.002	0.005	0.004	0.0049
Sn	0.068	0.067	0.065	0.051	0.062	0.052	0.055	0.054	0.058	0.055	0.061	0.0060
Si	-0.074	-0.071	-0.071	-0.073	-0.064	-0.067	-0.081	-0.083	-0.070	-0.084	-0.074	0.0064
Ti	0.074	0.075	0.075	0.074	0.074	0.074	0.075	0.076	0.076	0.076	0.076	0.0008
Te	-0.045	-0.040	-0.050	-0.040	-0.043	-0.054	-0.040	-0.043	-0.048	-0.050	-0.044	0.0046
Zr	0.070	0.070	0.070	0.070	0.071	0.070	0.070	0.070	0.071	0.071	0.071	0.0004

表 13 杂质元素的检出限及定量下限

元素	检出限 μg/mL	定量下 限/%	元素	检出限 μg/mL	定量下 限/%	元素	检出限 μg/mL	定量下 限/%	元素	检出限 μg/mL	定量下 限/%
Ag	0.002	0.0001	Cu	0.002	0.0001	Pb	0.014	0.0002	Sb	0.015	0.0002
Al	0.008	0.0001	Fe	0.003	0.0001	Re	0.014	0.0002	Sn	0.018	0.0003
As	0.020	0.0003	K	0.010	0.0002	V	0.002	0.0001	Si	0.019	0.0003
Bi	0.020	0.0003	Li	0.008	0.0001	Zn	0.004	0.0001	Ti	0.002	0.0001
Cr	0.009	0.0001	Mg	0.002	0.0001	Mo	0.005	0.0001	Te	0.014	0.0002
Co	0.003	0.0001	Mn	0.001	0.0001	Pt	0.010	0.0002	Zr	0.001	0.0001
Ca	0.015	0.0002	Ni	0.004	0.0001	Pd	0.005	0.0001			
Cd	0.002	0.0001	Na	0.014	0.0002	Rh	0.006	0.0001			

3.5 方法比对实验

为了证实本方法的准确性,故将样品使用本方法与 GB/T 25934.1-2010《高纯金化学分析法 第 1 部分:乙酸乙酯萃取分离-ICP-AES 法 测定杂质元素的含量》进行 1#、2#、3#,见表 14、15、16。

表 14 方法比对实验 (1#)

1#结果 (%)

元素	GB/T 25934.1-2010	平均值	本方法	元素	GB/T 25934.1-2010	平均值	本方法
Al	0.0001	0.0001	0.0001	Ag	0.0011	0.0011	0.0011
	0.0001				0.0011		
As	0.0006	0.0006	0.0006	Bi	0.0010	0.0010	0.0009
	0.0006				0.0009		
Cr	0.0004	0.0004	0.0004	Cd	0.0008	0.0008	0.0008
	0.0004				0.0008		
Cu	0.0011	0.0011	0.0011	Fe	0.0019	0.0019	0.0017
	0.0011				0.0019		
Mg	0.0004	0.0004	0.0002	Mn	0.0010	0.0010	0.0011
	0.0004				0.0010		
Ni	0.0010	0.0010	0.0010	Pb	0.0009	0.0010	0.0009
	0.0010				0.0010		
Pt	0.0008	0.0008	0.0009	Zn	0.0009	0.0009	0.0009
	0.0009				0.0009		
Pd	0.0009	0.0009	0.0009	Rh	0.0007	0.0008	0.0008
	0.0009				0.0008		
Sb	0.0007	0.0007	0.0007	Sn	0.0005	0.0004	0.0008
	0.0007				0.0003		
Te	0.0007	0.0007	0.0007				
	0.0007						

表 15 方法比对实验 (2#)

2#结果 (%)							
元素	GB/T 25934.1-2010	平均值	本方法	元素	GB/T 25934.1-2010	平均值	本方法
Al	0.0027	0.0027	0.0027	Ag	0.0098	0.0096	0.0095
	0.0027				0.0094		
As	0.0060	0.0060	0.0056	Bi	0.0082	0.0081	0.0084
	0.0060				0.0080		
Cr	0.0095	0.0097	0.0094	Cd	0.0080	0.0080	0.0081
	0.0099				0.0081		
Cu	0.0097	0.0098	0.0099	Fe	0.0168	0.0171	0.0168
	0.0099				0.0174		
Mg	0.0056	0.0057	0.0058	Mn	0.0095	0.0095	0.0096

	0.0058				0.0095		
Ni	0.0093	0.0094	0.0096	Zn	0.0089	0.0086	0.0086
	0.0095				0.0084		
Pb	0.0092	0.0090	0.0090	Pt	0.0084	0.0084	0.0083
	0.0088				0.0085		
Pd	0.0085	0.0084	0.0082	Rh	0.0082	0.0080	0.0081
	0.0082				0.0079		
Sb	0.0073	0.0072	0.0073	Ti	0.0007	0.0007	0.0007
	0.0070				0.0007		
Te	0.0081	0.0080	0.0079				
	0.0080						

表 16 方法比对实验 (3#)

3#结果 (%)							
元素	GB/T 25934.1-2010	平均值	本方法	元素	GB/T 25934.1-2010	平均值	本方法
Al	0.0025	0.0022	0.0024	Ag	0.0658	0.0651	0.0682
	0.0020				0.0644		
As	0.0223	0.0222	0.0229	Bi	0.0724	0.0726	0.0728
	0.0221				0.0728		
Cr	0.0290	0.0290	0.0285	Cd	0.0639	0.0642	0.0642
	0.0291				0.0644		
Cu	0.0627	0.0630	0.0627	Fe	0.0352	0.0356	0.0356
	0.0633				0.0361		
Mg	0.0171	0.0170	0.0175	Mn	0.0549	0.0554	0.0549
	0.0168				0.0558		
Ni	0.0692	0.0694	0.0697	Zn	0.0714	0.0716	0.0749
	0.0696				0.0718		
Pb	0.0550	0.0550	0.0555	Pt	0.0617	0.0619	0.0622
	0.0549				0.0621		
Pd	0.0720	0.0723	0.0719	Rh	0.0407	0.0407	0.0437
	0.0726				0.0407		
Sb	0.0718	0.0726	0.0729	Ti	0.0009	0.0009	0.0009
	0.0735				0.0009		
Te	0.0652	0.0658	0.0698				
	0.0664						

由于 GB/T 25934.1-2010 萃取法与本方法共同测定元素为 Al、Ag、As、Bi、Cr、Cd、Cu、Fe、Mg、Mn、Ni、Pb、Zn、Pt、Pd、Rh、Sb、Ti、Te 且测定范围大部分为 0.00002~0.001%，故比对以低含量结果为主，其余作为参考。

结果表明，依照本方法与 GB/T 25934.1-2010 所得样品结果对比良好，本方法可行。

3.6 样品全过程加标回收

称取高纯金样品 9 份，每份 1.0g，3 份做本底，另外 6 份加入不同含量的杂质标准溶液，按实验方法处理后进行全过程加标回收测定，结果见表 17。

表 17 样品全过程加标回收试验

元素	本底值 μg/mL	低量				中量				高量			
		加入 值 μ g/mL	扣减本底值后测 定值 μg/mL		回收率 /%	加入 值 μ g/ mL	扣减本底值后 测定值 μg/mL		回收 率/%	加入 值 μ g/ mL	扣减本底值后 测定值 μg/mL		回收 率/%
Al	-0.008	0.25	0.259	0.258	103.48	1	1.055	1.088	107.2	5	5.338	5.538	108.8
Ag	0.051	0.25	0.227	0.238	93.01	1	1.058	1.043	105.1	5	4.899	5.095	99.9
As	-0.059	0.25	0.250	0.287	107.47	1	1.098	1.068	108.3	5	5.411	5.299	107.1
Bi	0.003	0.25	0.262	0.260	104.38	1	0.977	0.967	97.2	5	4.894	4.887	97.8
Cr	-0.052	0.25	0.258	0.262	104.12	1	0.993	0.996	99.5	5	5.104	5.110	102.1
Co	-0.036	0.25	0.267	0.269	107.22	1	0.990	0.994	99.2	5	5.107	5.056	101.6
Ca	-0.068	0.25	0.273	0.297	114.17	1	0.971	1.126	104.9	5	5.057	5.058	101.2
Cd	-0.067	0.25	0.269	0.271	107.98	1	0.987	1.000	99.4	5	5.161	5.099	102.6
Cu	0.037	0.25	0.269	0.270	107.86	1	0.957	0.985	97.1	5	4.902	5.094	100.0
Fe	-0.028	0.25	0.275	0.256	106.12	1	0.937	0.963	95.0	5	5.004	4.959	99.6
K	0.037	0.25	0.227	0.232	91.94	1	0.990	1.037	101.4	5	5.275	5.306	105.8
Li	0.027	0.25	0.240	0.240	96.06	1	0.955	0.988	97.2	5	4.988	4.969	99.6
Mg	-0.053	0.25	0.254	0.260	102.78	1	0.994	1.025	101.0	5	5.025	5.048	100.7
Mn	-0.057	0.25	0.273	0.273	109.50	1	1.000	1.015	100.8	5	5.071	5.263	103.3
Mo	0.241	0.25	0.243	0.245	97.68	1	0.947	0.994	97.1	5	4.881	5.074	99.6
Ni	-0.051	0.25	0.280	0.284	112.70	1	0.965	0.977	97.1	5	5.120	4.993	101.1
Na	0.081	0.25	0.239	0.260	99.86	1	1.007	1.115	106.1	5	5.869	5.508	113.8
Pt	-0.046	0.25	0.255	0.247	100.28	1	1.021	1.048	103.5	5	5.286	5.374	106.6
Pd	-0.025	0.25	0.248	0.249	99.42	1	0.952	0.969	96.1	5	4.918	4.962	98.8
Pb	-0.066	0.25	0.279	0.285	112.66	1	1.000	0.989	99.5	5	5.105	5.017	101.2
Re	0.036	0.25	0.263	0.272	107.01	1	0.949	0.963	95.6	5	5.011	4.922	99.3
Rh	-0.019	0.25	0.249	0.249	99.74	1	0.983	0.998	99.1	5	5.093	5.138	102.3
Sb	0.022	0.25	0.260	0.261	104.17	1	1.015	1.039	102.7	5	5.214	5.274	104.9
Sn	0.035	0.25	0.257	0.258	103.08	1	0.872	0.865	86.9	5	4.273	4.356	86.3
Si	0.013	0.25	0.221	0.227	89.75	1	1.052	1.057	105.5	5	5.478	5.547	110.3
Ti	-0.011	0.25	0.240	0.239	95.71	1	1.006	1.022	101.4	5	5.207	5.252	104.6
Te	-0.008	0.25	0.236	0.251	97.42	1	0.915	0.947	93.1	5	4.682	4.726	94.1
V	0.146	0.25	0.265	0.265	105.98	1	0.925	0.951	93.8	5	4.773	4.745	95.2
Zn	-0.036	0.25	0.265	0.267	106.41	1	1.026	1.063	104.5	5	5.149	5.132	102.8
Zr	-0.035	0.25	0.245	0.244	97.90	1	0.994	1.007	100.1	5	5.113	5.160	102.7

表 16 结果表明：低量加标回收率在 89.75%~114.17%。中量加标回收率在 86.9%~107.2%。高量加标回收率 86.3%~113.8%。能够满足实际样品分析对准确度的要求。

3.7 方法精密度

用高纯金样品 0#、1#、2#、3#、4#、5#、6#、7#、8#进行精密度实验，结果见表 18-47，其中：

4#：0.75g 3#+0.25g 0#（Ag、Bi、Co、Ni、Zn、Pd、Sb、Sn、Te）；

5#：1g 3#加标（As、Ca、Cr、Fe、Mg、V 各 300 μg）；

6#：1g 0#加标（Mo、Al、Si、Ti、Zr、K、Na、Re、As、Mg、V、Ca 各 100 μg）；

7#：1g 0#加标（K、Na、Al、Zr、Cr、Ca、Mo、Si、Ti 各 3 μg）；

8#：1g 0#加标（Si、Ti、Zr、K、Na、Al、Re 各 500 μg）。

（可加入混 A、B 标液进行加标）

表 18 方法精密度试验（Al 元素）

所属样品	Al 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
7#	0.00023	0.00029	0.00021	0.00025	0.00028	0.00029	0.00032	0.00004	0.00027	14.45
6#	0.01014	0.01010	0.01100	0.00960	0.01054	0.00945	0.00962	0.00056	0.01006	5.59
8#	0.05002	0.04845	0.05203	0.04997	0.05102	0.05054	0.04903	0.00120	0.05015	2.39

表 19 方法精密度试验（Ag 元素）

所属样品	Ag 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00104	0.00100	0.00103	0.00101	0.00102	0.00100	0.00106	0.00002	0.00102	2.17
2#	0.00932	0.00953	0.00976	0.00942	0.00943	0.00979	0.00952	0.00018	0.00954	1.85
4#	0.04918	0.04844	0.05225	0.05059	0.05303	0.05328	0.05213	0.00190	0.05127	3.71

表 20 方法精密度试验（As 元素）

所属样品	As 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00060	0.00056	0.00062	0.00060	0.00054	0.00045	0.00066	0.00007	0.00058	11.77
6#	0.01076	0.01048	0.01067	0.00948	0.00924	0.00975	0.00954	0.00063	0.00999	6.30
5#	0.05162	0.05079	0.04902	0.05163	0.05098	0.04861	0.05058	0.00120	0.05046	2.37

表 21 方法精密度试验（Bi 元素）

所属样品	Bi 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00101	0.00094	0.00083	0.00083	0.00088	0.00087	0.00093	0.00007	0.00090	7.28
2#	0.00802	0.00818	0.00837	0.00803	0.00778	0.00836	0.00852	0.00026	0.00818	3.13
4#	0.05114	0.04746	0.05145	0.05301	0.04963	0.05002	0.05336	0.00204	0.05087	4.02

表 22 方法精密度试验（Cr 元素）

所属样品	Cr 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
------	-------------	--	--	--	--	--	--	----	-----	---------

7#	0.00023	0.00026	0.00023	0.00026	0.00021	0.00028	0.00022	0.00003	0.00024	10.54
2#	0.00952	0.00937	0.00948	0.00956	0.00903	0.00931	0.00940	0.00018	0.00938	1.90
5#	0.05698	0.05901	0.05752	0.05687	0.05691	0.05603	0.05800	0.00096	0.05733	1.67

表 23 方法精密度试验 (Co 元素)

所属样品	Co 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00092	0.00088	0.00090	0.00087	0.00086	0.00092	0.00096	0.00003	0.00090	3.87
2#	0.00883	0.00867	0.00864	0.00804	0.00878	0.00842	0.00823	0.00030	0.00852	3.47
4#	0.05416	0.05285	0.05575	0.05431	0.05362	0.05491	0.05447	0.00092	0.05430	1.70

表 24 方法精密度试验 (Ca 元素)

所属样品	Ca 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
7#	0.00031	0.00047	0.00024	0.00024	0.00013	0.00022	0.00024	0.00011	0.00026	39.74
6#	0.01011	0.01016	0.01095	0.00951	0.00972	0.00955	0.01149	0.00075	0.01021	7.33
5#	0.04448	0.04849	0.04900	0.04760	0.04897	0.05064	0.04911	0.00192	0.04833	3.98

表 25 方法精密度试验 (Cd 元素)

所属样品	Cd 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00082	0.00083	0.00080	0.00085	0.00079	0.00082	0.00076	0.00003	0.00081	3.63
2#	0.00852	0.00803	0.00808	0.00807	0.00802	0.00801	0.00806	0.00018	0.00811	2.24
3#	0.06254	0.06488	0.06456	0.06291	0.06450	0.06350	0.06480	0.00096	0.06396	1.50

表 26 方法精密度试验 (Cu 元素)

所属样品	Cu 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00106	0.00112	0.00112	0.00114	0.00108	0.00109	0.00112	0.00003	0.00110	2.55
2#	0.00988	0.00942	0.01017	0.01012	0.00992	0.01008	0.01004	0.00025	0.00995	2.56
3#	0.06410	0.06203	0.06128	0.06438	0.06432	0.06273	0.06161	0.00134	0.06292	2.12

表 27 方法精密度试验 (Fe 元素)

所属样品	Fe 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00171	0.00164	0.00153	0.00187	0.00172	0.00196	0.00166	0.00014	0.00173	8.39
2#	0.01579	0.01694	0.01703	0.01588	0.01637	0.01648	0.01718	0.00055	0.01652	3.35

5#	0.06085	0.06385	0.06292	0.06011	0.06487	0.06301	0.06193	0.00167	0.06251	2.66
----	---------	---------	---------	---------	---------	---------	---------	---------	---------	------

表 28 方法精密度试验 (K 元素)

所属样品	K 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
7#	0.00022	0.00022	0.00027	0.00033	0.00032	0.00027	0.00029	0.00004	0.00027	15.87
6#	0.01080	0.00951	0.01155	0.01012	0.01050	0.01061	0.00956	0.00072	0.01038	6.94
8#	0.05003	0.04656	0.05334	0.04936	0.04704	0.04802	0.05096	0.00238	0.04933	4.82

表 29 方法精密度试验 (Li 元素)

所属样品	Li 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00082	0.00080	0.00079	0.00067	0.00078	0.00070	0.00079	0.00006	0.00076	7.36
2#	0.01012	0.01022	0.01021	0.00938	0.00957	0.01001	0.01010	0.00033	0.00994	3.35
3#	0.05040	0.04810	0.04827	0.04807	0.04901	0.04905	0.05087	0.00112	0.04911	2.29

表 30 方法精密度试验 (Mg 元素)

所属样品	Mg 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00021	0.00021	0.00018	0.00019	0.00024	0.00023	0.00018	0.00002	0.00021	11.52
6#	0.00994	0.00992	0.00988	0.00994	0.00949	0.01051	0.00969	0.00031	0.00991	3.16
5#	0.04419	0.04700	0.04622	0.04496	0.04682	0.04766	0.04799	0.00139	0.04641	3.00

表 31 方法精密度试验 (Mn 元素)

所属样品	Mn 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00111	0.00111	0.00104	0.00103	0.00108	0.00104	0.00103	0.00004	0.00106	3.42
2#	0.00964	0.00966	0.00978	0.00957	0.00963	0.00949	0.00903	0.00024	0.00954	2.54
3#	0.05552	0.05531	0.05411	0.05438	0.05418	0.05519	0.05413	0.00062	0.05469	1.14

表 32 方法精密度试验 (Ni 元素)

所属样品	Ni 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00100	0.00102	0.00094	0.00103	0.00102	0.00093	0.00102	0.00004	0.00099	4.18
2#	0.00947	0.00988	0.00933	0.00944	0.00952	0.00966	0.00987	0.00021	0.00960	2.24
4#	0.04918	0.05075	0.04955	0.05091	0.05186	0.05102	0.05094	0.00092	0.05060	1.83

表 33 方法精密度试验 (Na 元素)

所属样品	Na 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
7#	0.00022	0.00033	0.00010	0.00023	0.00031	0.00014	0.00004	0.00011	0.00020	54.94
6#	0.01044	0.00958	0.01135	0.00905	0.00932	0.01026	0.01155	0.00097	0.01022	9.52
8#	0.05452	0.05192	0.05722	0.05350	0.05450	0.05261	0.05058	0.00215	0.05355	4.01

表 34 方法精密度试验 (Pb 元素)

所属样品	Pb 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00095	0.00093	0.00099	0.00097	0.00093	0.00093	0.00091	0.00003	0.00094	2.92
2#	0.00878	0.00902	0.00883	0.00919	0.00922	0.00900	0.00911	0.00017	0.00902	1.87
3#	0.05488	0.05487	0.05633	0.05542	0.05560	0.05611	0.05533	0.00056	0.05551	1.01

表 35 方法精密度试验 (Re 元素)

所属样品	Re 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00018	0.00013	0.00019	0.00017	0.00012	0.00016	0.00022	0.00003	0.00017	20.64
6#	0.00976	0.00977	0.01027	0.01075	0.01054	0.01058	0.01040	0.00039	0.01030	3.81
8#	0.04920	0.04734	0.05018	0.05164	0.05057	0.04905	0.04933	0.00136	0.04962	2.74

表 36 方法精密度试验 (V 元素)

所属样品	V 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00018	0.00022	0.00013	0.00016	0.00022	0.00023	0.00020	0.00004	0.00019	19.18
6#	0.01056	0.01069	0.00990	0.01052	0.01057	0.00977	0.01081	0.00040	0.01040	3.86
5#	0.04768	0.05105	0.05022	0.04903	0.05158	0.05202	0.04876	0.00161	0.05005	3.22

表 37 方法精密度试验 (Zn 元素)

所属样品	Zn 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00093	0.00094	0.00090	0.00097	0.00093	0.00088	0.00087	0.00004	0.00092	3.87
2#	0.00871	0.00869	0.00891	0.00820	0.00844	0.00858	0.00851	0.00023	0.00858	2.64
4#	0.05359	0.05177	0.05556	0.05408	0.05381	0.05622	0.05816	0.00208	0.05474	3.80

表 38 方法精密度试验 (Mo 元素)

所属样品	Mo 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
7#	0.00030	0.00029	0.00024	0.00025	0.00022	0.00033	0.00024	0.00004	0.00027	14.93

6#	0.00975	0.00964	0.01010	0.01032	0.00978	0.00962	0.00963	0.00027	0.00983	2.76
3#	0.04326	0.04204	0.04181	0.04352	0.04249	0.04392	0.04156	0.00092	0.04266	2.15

表 39 方法精密度试验 (Pt 元素)

所属样品	Pt 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00092	0.00092	0.00092	0.00093	0.00087	0.00093	0.00091	0.00002	0.00091	2.26
2#	0.00851	0.00858	0.00861	0.00838	0.00822	0.00803	0.00788	0.00028	0.00832	3.40
3#	0.06157	0.06171	0.06253	0.06272	0.06377	0.06003	0.06380	0.00133	0.06230	2.14

表 40 方法精密度试验 (Pd 元素)

所属样品	Pd 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00084	0.00090	0.00082	0.00088	0.00083	0.00092	0.00083	0.00004	0.00086	4.60
2#	0.00831	0.00838	0.00778	0.00811	0.00818	0.00831	0.00847	0.00023	0.00822	2.77
4#	0.05309	0.05183	0.05602	0.05369	0.05089	0.05492	0.05377	0.00174	0.05346	3.26

表 41 方法精密度试验 (Rh 元素)

所属样品	Rh 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00084	0.00088	0.00082	0.00083	0.00081	0.00080	0.00079	0.00003	0.00082	3.63
2#	0.00821	0.00832	0.00830	0.00758	0.00788	0.00828	0.00802	0.00028	0.00808	3.41
3#	0.04247	0.04338	0.04402	0.04266	0.04348	0.04379	0.04483	0.00081	0.04352	1.85

表 42 方法精密度试验 (Sb 元素)

所属样品	Sb 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00063	0.00066	0.00062	0.00064	0.00069	0.00073	0.00079	0.00006	0.00068	9.07
2#	0.00738	0.00751	0.00746	0.00702	0.00713	0.00718	0.00729	0.00018	0.00728	2.48
4#	0.05293	0.05299	0.05488	0.05287	0.05169	0.05433	0.05390	0.00107	0.05337	2.01

表 43 方法精密度试验 (Sn 元素)

所属样品	Sn 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00082	0.00078	0.00079	0.00083	0.00076	0.00073	0.00073	0.00004	0.00078	5.13
2#	0.00761	0.00762	0.00759	0.00728	0.00684	0.00689	0.00731	0.00033	0.00731	4.55
4#	0.05305	0.05160	0.05391	0.05323	0.05260	0.05192	0.05187	0.00085	0.05260	1.61

表 44 方法精密度试验 (Si 元素)

所属样品	Si 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
7#	0.00030	0.00038	0.00022	0.00027	0.00023	0.00036	0.00024	0.00006	0.00029	22.31
6#	0.00838	0.00853	0.00935	0.00942	0.00871	0.00887	0.00902	0.00039	0.00890	4.43
8#	0.04682	0.04804	0.04748	0.04947	0.04786	0.04622	0.04861	0.00109	0.04779	2.27

表 45 方法精密度试验 (Ti 元素)

所属样品	Ti 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
7#	0.00024	0.00024	0.00025	0.00026	0.00022	0.00018	0.00024	0.00003	0.00023	11.28
6#	0.00984	0.00993	0.01041	0.00925	0.00982	0.00988	0.00964	0.00035	0.00982	3.53
8#	0.04716	0.04892	0.04792	0.04954	0.04902	0.05032	0.04855	0.00104	0.04878	2.12

表 46 方法精密度试验 (Te 元素)

所属样品	Te 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
1#	0.00073	0.00072	0.00060	0.00053	0.00068	0.00068	0.00074	0.00008	0.00067	11.54
2#	0.00788	0.00803	0.00808	0.00771	0.00801	0.00811	0.00773	0.00016	0.00794	2.07
4#	0.04720	0.04518	0.04908	0.04776	0.04562	0.04786	0.05057	0.00187	0.04761	3.93

表 47 方法精密度试验 (Zr 元素)

所属样品	Zr 元素含量 (%)							SD	平均值	RSD (%)
7#	0.00028	0.00028	0.00029	0.00030	0.00028	0.00028	0.00029	0.00001	0.00029	2.75
6#	0.00988	0.01001	0.01051	0.00950	0.01001	0.01022	0.01007	0.00031	0.01003	3.08
8#	0.04683	0.04861	0.04902	0.04791	0.04798	0.04924	0.04762	0.00084	0.04817	1.75

各样品各元素 RSD 结果较好, 说明本方法有较高的精密度。

4 研究结论

上面的实验结果证明, 本方法具有良好的精密度和回收率, 能够满足金中银、铜、铁、铅、铋、锑、镁、镍、锰、钡、铬、铂、铈、钛、锌、砷、锡、硅、钴、钙、钾、锂、钠、碲、钒、锆、镉、钼、铯、铝量的测定。

5 附录 A

电感耦合等离子体原子发射光谱法中多谱线拟合 (MSF) 法用法如下:

以 Avio 500 ICP-OES, 2%金基体体系里的钯的检测为例, 测量结束后。在 Results—Examine 中导出数据中发现 Pd 在 340.458nm 波长受到 Zr 元素的干扰, 标准曲线线性差, 几乎不能使用, 故使用 MSF 法进行校正。

1) 建立方法 将所需要检测的元素按照常规操作建立分析方法。此例中, Pd 作为分析元素, 选用 340.458nm 的谱线设立标准曲线点后按照仪器推荐条件命名保存方法。

2) 准备溶液 需准备 Zr、Pd 单标溶液, 分析元素 Pd 溶液 20mg/L (严格说, 浓度与谱线峰型无关, 只需采集到分析峰即可, 但从实际出发, 所用溶液浓度最好接近实际样品的浓度, 分析元素浓度太低, 会采集不到分析峰, 以上为例), 干扰元素 Zr 溶液 10mg/L (严格说, 浓度与谱线峰型无关, 只需采集到干扰峰即可, 但从实际出发, 所用溶液浓度最好接近实际样品的浓度, 分析元素浓度太低, 会采集不到干扰峰, 以上为例), 以及空白溶液。

3) 分析 在设定的方法下进行检测, 空白溶液当作标准空白, 分析元素及干扰元素当作样品溶液检测保存即可并做好备注。

4) 准备构建 MSF 模型 分析结束后, 从 Results—Examine 打开“Examine Spectra”窗口, 点击“Examine”调整为“Examine MSF”, 再从 Data—Select Data 中打开 3) 所分析结果。

5) 构建 MSF 模型 在 Samples—MSF 处将标准空白设为 Blank (空白 b)、分析元素 P 设为 Analyte (分析物 a)、干扰元素 Cu 设为 Interference (干扰物 i), 点击“File”菜单中“Save”命名并保存。

6) 更改方法 打开 1) 所建立方法, 在 Process—Peak Processing— Peak Algorithm 中将“Peak Area”调整为“MSF”, 并在同页 Process—Spectral Corrections— MSF model 中选择 5) 所保存 MSF 模型随后保存方法。

7) 完成 下次分析或在数据处理中直接使用次方法进行检测即可。

其它型号设备按实际谱线干扰情况建立 MSF 模型进行数据处理。