

# 元素分析组

## 第一部分、实验室用酸安全及安全急救措施

### 一、实验室用酸安全细则

实验室常用消解介质均有很强氧化性及腐蚀性（ $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HF}$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HClO}_4$ 、 $\text{H}_2\text{O}_2$ ），容易对人体造成损伤，发生危险。因此在使用过程中必须严格按照以下规定执行：

（1）取用浓酸时必须全程在通风橱里操作，并做好安全防护（佩戴耐酸碱防护手套、护目镜、口罩或防毒面具）。

（2）取用浓酸时，不得用鼻子嗅其气味或将瓶口对准人的脸部。

（3）浓酸稀释时应取浓酸加入水中，以防飞溅灼伤。

（4）取用浓酸时可用移液枪吸取，量大时可直接倒出。移液枪取酸时应慢慢放，吸液过快易将酸吸入移液枪，导致移液枪腐蚀损坏，放液过快易发生酸液飞溅，移液枪取液时除枪头以外的部分不可与浓酸瓶接触，每次取液后应及时更换枪头，移液枪必须枪头朝下悬挂放置，严禁平放或倒放。倒酸时瓶口之间不可直接接触，避免相互污染。酸使用完毕应立即将瓶盖拧紧，放回原处避光保存。

（5）实验之前必须充分了解酸与待测物质的反应剧烈程度，选择合适的介质及反应条件，以免发生剧烈反应造成危险。

（6）过氧化氢在加热到 $100^\circ\text{C}$ 以上时开始急剧分解，消解使用时必须低温缓慢滴加，控制反应速率，以免发生喷溅等危险事故。

（7）高氯酸加热容易发生爆炸，严禁用于平板加热消解或微波消解，未经允许不可擅自使用。

（8）实验过程中产生的所有酸废液必须倒入废液瓶中集中处理（含氢氟酸废液倒入专用的塑料废液瓶），不能倒入水槽，以防侵蚀下水道及环境污染。

### 二、实验室安全急救措施

（1）危险化学品泄露的处置

①切断火源、电源；

②隔离泄漏污染区，尽快找到泄漏原因，采取堵漏措施；浓酸洒漏，先用碳

酸氢钠溶液中和，直至不产生气泡为止，然后用水冲洗，再用抹布擦净；浓碱洒漏，先用稀醋酸中和，直至不产生气泡为止，然后用水冲洗，用抹布擦干净；

③对中毒人员进行急救，并尽快送到医院。

#### (2) 吸入酸或碱

迅速脱离现场至空气新鲜处，保持呼吸道通畅，如呼吸困难，需输氧；如呼吸、心跳停止，立即进行心肺复苏术，迅速就医。吸入氢氟酸不可进行人工呼吸，可能导致进行人工呼吸者本人吸入氟化氢气体，给予1% 碳酸氢钠溶液雾化吸入，迅速就医。

#### (3) 眼睛化学灼伤

凡是溶于水的化学品进入眼睛，立刻用大量流动水冲洗；若是碱灼伤，用1% 硼酸溶液淋洗；若是酸灼伤，则用1%的碳酸氢钠溶液淋洗。可配备洗眼器清洗。氢氟酸用六氟灵溶液冲洗眼睛 20 分钟，迅速就医。

#### (4) 皮肤化学品灼伤

##### ①强酸烧伤

酸的致伤特点是使组织脱水，蛋白沉淀，凝固，故烧伤后创面迅速成痂，界限清楚，因此限制了继续向深部侵蚀。但是氢氟酸具有溶解脂肪和脱钙的作用，烧伤后创面起初可能只有红斑或皮革样焦痂，随后即发生坏死，向四周及深部组织侵蚀，可伤及骨骼使之坏死，形成难以愈合的溃疡，伤员疼痛较重。

硫酸、盐酸、硝酸烧伤：立即脱去污染的衣着，硫酸应立即用纸或布轻沾去残留酸，切忌擦破皮肤，然后用大量流动水冲洗至少20分钟；盐酸、硝酸可立即用水冲洗，冲洗后可用1%碳酸氢钠溶液或肥皂水等中和留在皮肤上的氢离子，中和后，仍继续冲洗。创面采用暴露疗法。

氢氟酸烧伤：立即脱去污染的衣着，在喷溅发生后的60秒内使用六氟灵溶液清洗，一瓶六氟灵洗眼液冲洗一只被喷溅的眼睛，一次使用完整个包装。如果一只眼睛灼伤，冲洗时，注意侧头将灼伤的眼睛转到下方，以免污染另一只眼睛。如遇皮肤喷溅，直接将六氟灵溶液倒在被喷溅部位连续冲洗直至用尽，皮肤外用葡萄糖酸钙软膏并尽快就医。注意，事故发生后，应第一时间使用六氟灵溶液冲洗，避免用水冲洗而延误六氟灵的作用时间。

## ②强碱烧伤

碱烧伤的特点是与组织蛋白结合，形成碱性蛋白化合物，易于溶解，进一步使创面加深，因此碱造成的损伤比酸烧伤更严重。

急救处理原则：立即脱去污染的衣着，及时用流动冷水冲洗至少20分钟，再用1%硼酸溶液冲洗，及时送医。石灰烧伤用水冲洗前应将石灰粉末擦拭干净，以免生石灰(氧化钙)与水生成氢氧化钙(熟石灰)放出大量的热加重创面。

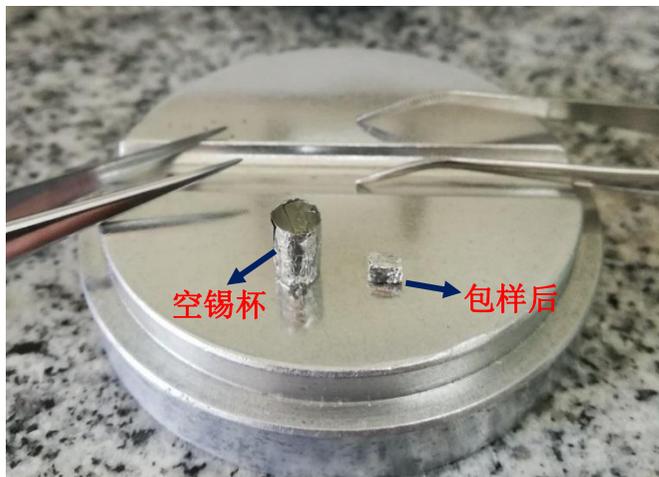
## ③过氧化氢烧伤

立即脱去污染的衣着，用大量流动清水冲洗至少20分钟，1%的碳酸氢钠溶液湿敷后迅速就医。

## 第二部分、样品制备

### 一、元素分析样品制备

1、样品制备：用镊子夹取4×6 mm规格的空锡杯去皮（天平精度0.000001 g），在锡杯中加入样品，称样量0.7-1.3 mg，将锡杯封口并折叠成规则形状（样品不能漏洒）。



### 2、样品要求：

固体样品：提纯干燥，粉末状，均匀。

膜类样品：剪碎，大小均匀。

液体样品：提纯干燥，粘稠，不易挥发。

样品量： CHN > 10 mg， S > 10 mg， O > 10 mg。

包装：玻璃或塑料样品瓶（严禁用自封袋，静电大的样品首选玻璃瓶），瓶身上标姓名和编号。

## 二、电感耦合等离子体质谱样品制备

### 1. 样品制备

（1）计算：先根据样品中待测元素含量（估值）进行计算，确定 $m_1$ - $m_4$ 的量。

$$\text{样品溶液浓度 } c = \frac{a \times m_1 \times m_3}{m_2 \times m_4}$$

$a$ --样品中待测元素含量；

$m_1$ —样品质量； $m_2$ —定重质量； $m_3$ —稀释取重质量； $m_4$ —最终质量。

（注：电子天平精度至少为万分之一克， $m_3$ 为稀释时称取的液体重量，与 $m_4$ 成正比， $m_3$ 取值太小会产生较大误差。）

（2）选择合适的消解介质及消解条件进行消解

根据样品性质及待测元素在酸中的稳定性与共存性选择合适的介质（酸或双氧水等）消解样品。

根据样品基体及待测元素的性质选择合适的消解条件，如样品在常压条件下无法消解完全，可选择用微波消解仪消解，CEM Xpress  $\leq 200^\circ\text{C}$ ，CEM Easy Prep  $\leq 240^\circ\text{C}$ 。

（3）配制样品溶液

样品消解完全后，加热赶酸至体积少于0.5 ml（溶液必须保持清澈无沉淀析出），在容器中加入标液酸度一样的溶液，少量多次转移残余的消解液，保证容器中的待测元素转移完全。将转移出的溶液用天平定重，如果浓度太高，可用重量法进一步稀释。如果此时仍有不溶物，而待测元素已全部消解，用微孔滤膜将不溶物过滤，滤液可进行测试。

如果样品本身即为澄清溶液的液体样品，且满足所有的上机要求，可以直接上机测试，否则也需要进行必要的前处理。

### 2. 样品要求：

（1）样品溶液澄清透明，不含不溶性微粒。

可溶性固体总量（TDS） $\leq 2\%$ ，溶液中有有机物含量 $\leq 5\%$ ；

溶液酸度与标准溶液一致:

$c(\text{HNO}_3) = 2\%$ ,  $c(\text{HCl}): c(\text{HNO}_3) = 6\%: 2\%$ ,  $c(\text{HNO}_3) : c(\text{HF}) = 2\% : 2\%$

样品量: 大于 10 ml

包装: 玻璃瓶或塑料样品瓶, 瓶身及瓶盖上均标姓名和编号。

## (2) 样品浓度要求

待测元素浓度在标准曲线浓度范围内, 标准溶液浓度范围:

① Li, B, Na, Mg, Al, K, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Se, Rb, Sr, Mo, Cd, In, Sn, Sb, Te, Cs, Ba, Re, Pb, Bi: 0.5-500 ppb (介质: 超纯水 100 ml+68%硝酸 2 ml)

② Au, Pd, Pt, Ir, Ru: 0.5-100 ppb (介质: 超纯水 100 ml+68%硝酸 2 ml+36%盐酸 6 ml)

③ Zr, Hf, W, Mo, Ta, Nb, Ti: 0.5-100 ppb (介质: 超纯水 100 ml+68%硝酸 2 ml+40%氢氟酸 0.2ml)

④ Ag: 0.5-100 ppb (介质: 超纯水 100 ml+68%硝酸 2 ml)

⑤ Hg: 0.05-2 ppb (介质: 超纯水 100 ml+36%盐酸 2 ml)

⑥ Ca: 5-500 ppb (介质: 超纯水 100 ml+68%硝酸 2 ml)

⑦ La (La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu): 0.5-100 ppb (介质: 超纯水 100 ml+68%硝酸 2 ml)

⑧ K, Na, Ca, Fe, Al, Mg 环境中含量较高的元素 >20 ppb

(3) 含有机成分的样品必须消解完全, 消解过程尽量避免待测元素损失有机物可加 $\text{H}_2\text{O}_2$ 预消解, 否则易导致锥口积碳堵塞, 等离子体熄火等问题部分元素高温赶酸易挥发, 如Hg, 易导致回收率低, 测试不准确。

## (4) 样品前处理未引入新的干扰离子

所有容器酸液浸泡清洗 (消解罐用微波消解程序清洗); 酸, 洁净度高于优级纯, 其金属杂质含量低于ppb级别, 如trace metal级、BVIII级、MOS级; 超纯水, 电阻率 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  (25°C)。

## 第三部分、上机操作

### 仪器一、元素分析仪 Flash Smart (NCH 模式)

#### 1. 清灰份

打开进样器与反应管之间的连接，用长钩将石英灰份管取出，将管内残渣清理干净后在灰份管底部装填约0.5 cm高石英棉，再将接灰管装回仪器内，旋紧进样器与石英管的连接。

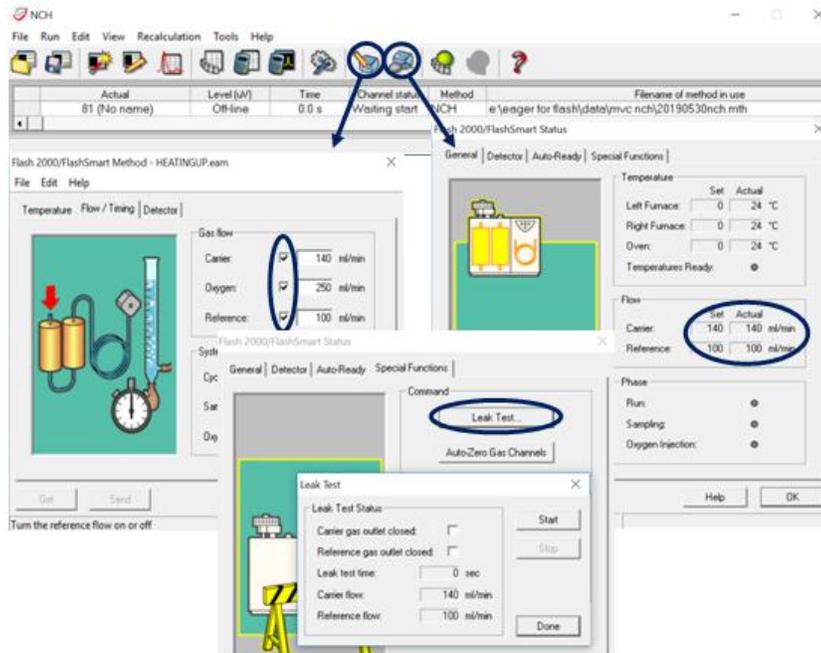
## 2.打开气体，仪器及软件

打开He气与O<sub>2</sub>气，压力设置0.3 MPa，按顺序依次打开主机电源、MVC电源，电脑、EA(Elemental Analyzer)软件EagerSmart，出现模式界面，选择NCH模式。

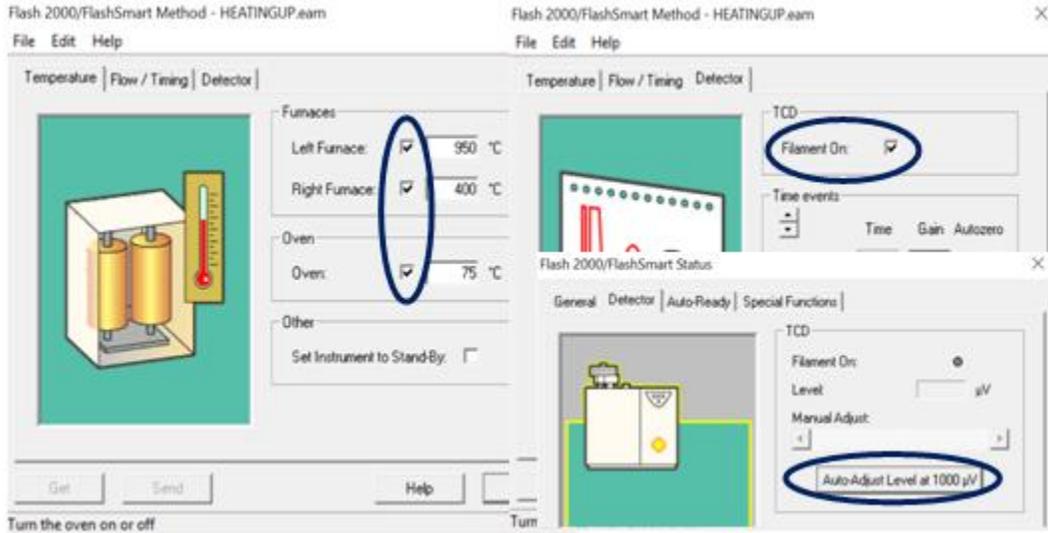
## 3.气路检漏，升温及TCD稳定

点击参数设置图标，设置气体流量参数，点击send，OK发送给仪器。

点击，General界面中确定气体流量参数发送成功，点击Special Functions→leak test开始检漏，300 s内carrier和reference均小于5 ml/min检漏成功，点击done完成检漏。



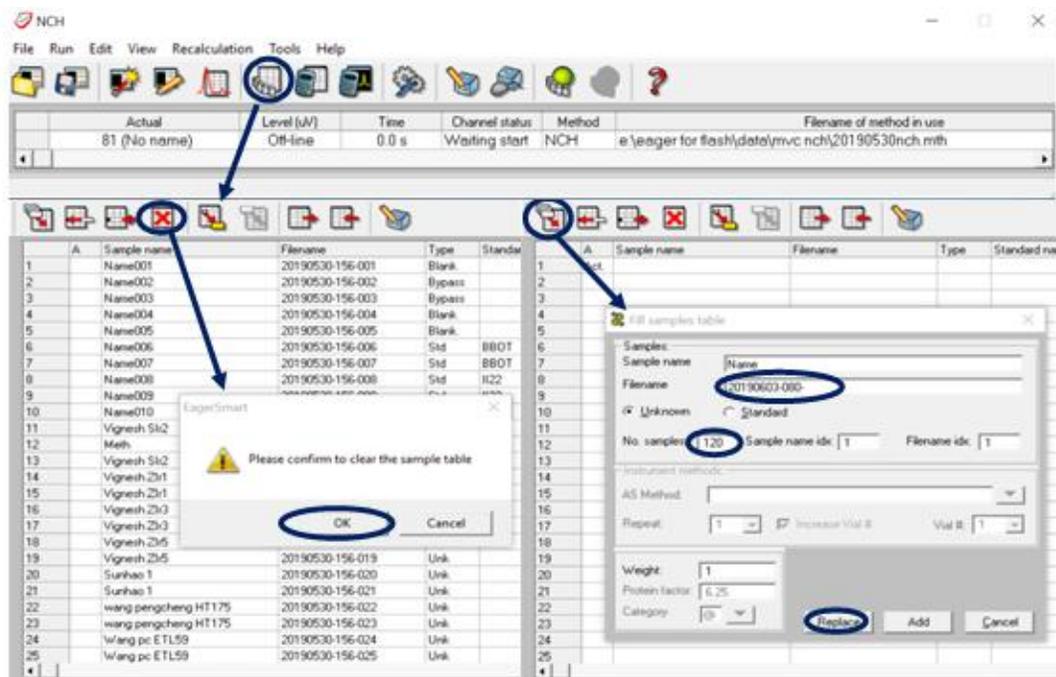
设置温度，打开TCD检测器。温度升至预设值后，观察TCD电流稳定后，点击Auto-Adjust Level at 1000  $\mu$  V。



#### 4. 编辑样品列表

点击样品列表图标，点击删除图标，OK，删除过期样品列表。点击填写图标，填入Filename，No sample，点击replace。

编辑样品列表，按照如下顺序进行测试blank（1个）- bypass（3个）- blank（1个）- standard（5-6个）- check（1-2个）- unknown（20个）- standard（5-6个）- check（1-2个）- unknown（20个），按称样的顺序添加样品名称并输入样品质量，每个样品测试两次，样品名称不可重复，根据实际样品更改样品类型Type，编辑完成后点击保存图标，命名后点击OK，保存。



## 5.称样

根据未知样品中NCH元素含量范围选择合适的标准样品，并称量不同重量，使标准曲线中NCH含量分布均匀。包好的样品按逆时针方向放入样品盘，第一个样品放在正对进样孔的位置。点击 ，Start now开始分析样品序列。点击View，View sample being acquired观察样品出峰实时状态。

## 6.标准曲线拟合及未知样品含量计算

①清除旧的标准曲线：打开OFF-LINE Analyzer模式，离线模式下选择目标文件打开 ，选择Recalculation→ Reset Calibration factors→点击3次OK清除旧的标准曲线及样品数据。

②判峰：点击 ，打开  选择一个当日标样的峰形图，点击open，在此界面点击  选择Components sequence: NCH, Time window: 20%，点击OK。点击Peak Identification，点击OK，峰形图上显示出对应元素名称，点击OK。

③点击 ，勾选Identify peaks，Sample sequence填写First sample与Last

sample的编号，First sample对应第一个标样，Last sample对应最后一个标样，点击OK，对标准样品中元素含量进行计算。

④在OFF-LINE Analyzer主界面菜单栏点击View，View Calibration curve，观察标准曲线，在此界面点击不同元素，选择观察不同元素的标准曲线，标准曲线中偏差较大的点可去除，关闭界面，点击OK保存曲线。

⑤点击 ，勾选Identify peaks，Sample sequence填写First sample与Last sample的编号，First sample对应第一个未知样品，Last sample对应最后一个未知样品，点击OK，对未知样品中元素含量进行计算。点击  查看分析结果。check样品的含量在误差范围内，说明标准曲线的线性良好，可以对后续未知样品进行定量。测试结果小数点后保留两位数字，每个未知样品的两次分析结果误差 $\leq 3\%$ ，如超过误差允许范围需重新测试。

## 7.仪器降温及关机

仪器降温：点击 ，在Temperatrue界面里勾选Set Instrument to Stand，点击send发送，点击OK，关闭界面时点击NO，不保存设置。点击  等待仪器温度降至400℃以下可关机。

仪器关机：首先关闭软件，弹出提示保存方法对话框，选择Yes，选择当日保存的方法文件，点击save，弹出是否替换对话框，选择Yes。关闭电脑，关闭MVC电源，主机电源，关闭O2和He气瓶。

## 仪器二、电感耦合等离子体质谱 iCAP-RQ

### 一、仪器的准备

#### 1. 点火（Standby到Operate状态）

- 1) 打开液氩罐开关及增压阀开关，确认Ar气是否足够，调至分压至0.65 MPa（6.5 bar，不能大于0.7 MPa），打开He气钢瓶，调节分压至0.1 MPa。
- 2) 打开排风，确认排风工作正常，风压在0.4-0.7 mbar之间。
- 3) 打开冷却循环水开关。



4) 启动Instrument Control程序，检查分析室真空度，真空达到 $6.0 \times 10^{-7}$  mbar以下才可以进行后续操作。

5) 装好蠕动泵管，压下泵管夹。准备好调谐溶液、超纯水。

5) 把进样毛细管插入纯水中。



6) 单击ON → YES, 此时仪器会点燃等离子体并完成抽扩散区真空打开滑阀等一系列动作最后自动进入Operate状态。

7) 调节泵夹，使样品管与内标管同时进液通畅。

## 2. 仪器的灵敏度检测及调谐及校正

注意：质量校正可定期执行，检测器校正须在仪器有提示时做。

(1) 将样品管与内标管同时放入1 ppb Tune B Solution溶液中，数据显示界面观察Li、Co、In、U的信号强度及氧化物，双电荷干扰是否满足仪器运行条件。



如果不满足可执行Autotune，进行STD及KED模式下调谐。



(2) 做质量校正 (Mass Calibration)：将样品管与内标管放入Setup Solution中，点击 Mass Calibration，进入向导界面根据提示进行操作（只需点击Next即可）。



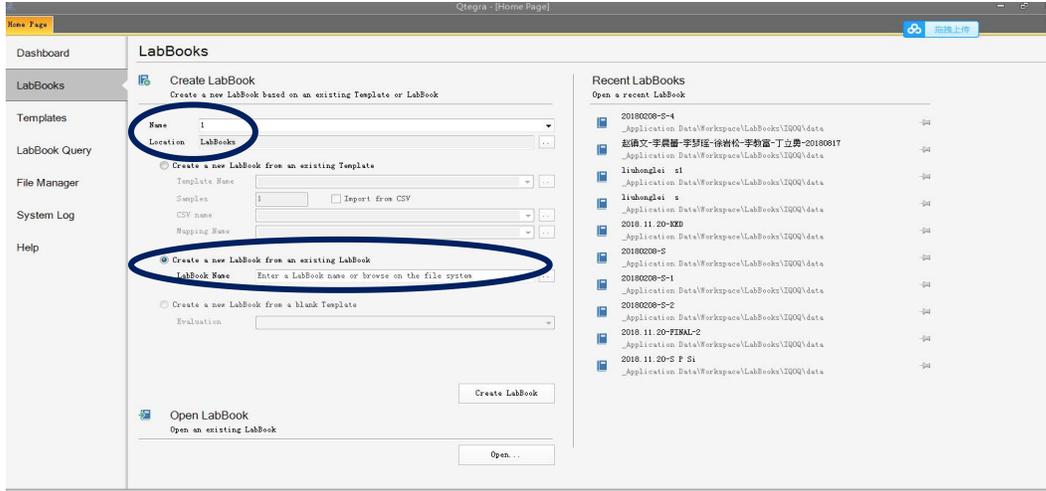
(3) 做检测器校正 (Detector Cross Calibration)：将样品管与内标管放入Setup Solution中，点击Detector Setup，进入向导界面根据提示进行操作（只需点击Next即可）。

## 二、新建LabBook编辑实验方法进行样品测试



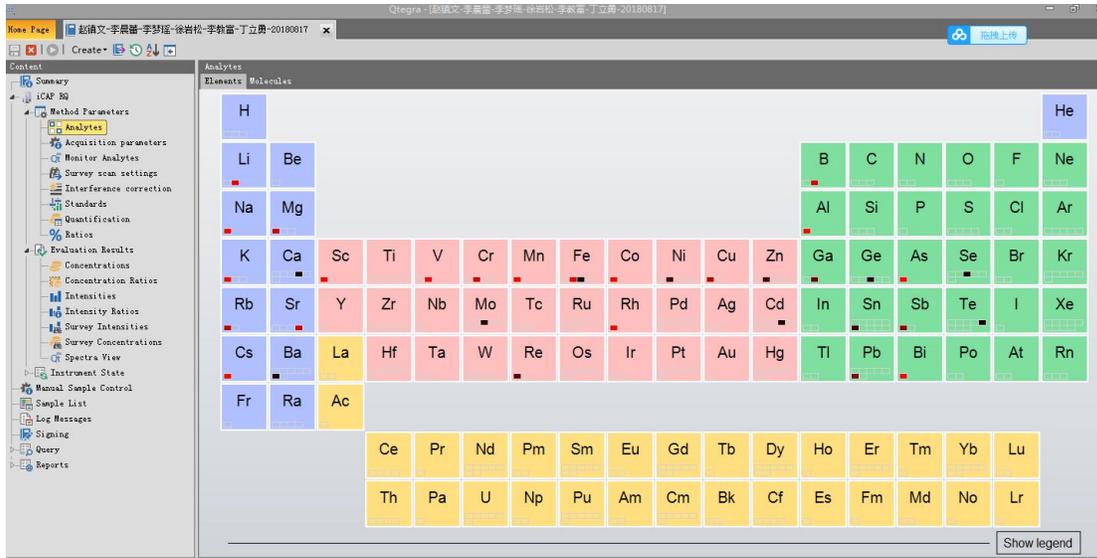
启动Qtegra Experiment Editor程序，打开或新建Labbook，LabBooks界面下，Name输入命名，Location输入存储位置。通过Create a new labbook from an existing labbook来完成方法编辑，点击Create LabBook。在Method Parameters编辑方法后单击LabBook界面上方的保存图标，由灰色变为绿色，点

击 ，LabBook 即会被发送至待测的采集序列中。单击界面下方序列界面中的  图标，启动数据采集，根据软件提示进行样品测试。

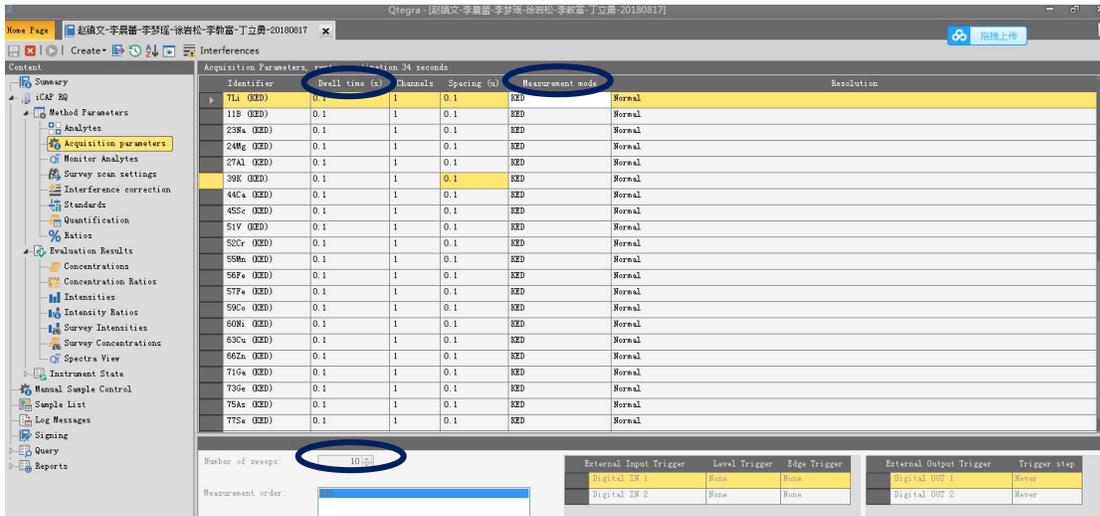


### 1) Method Parameters中编辑方法

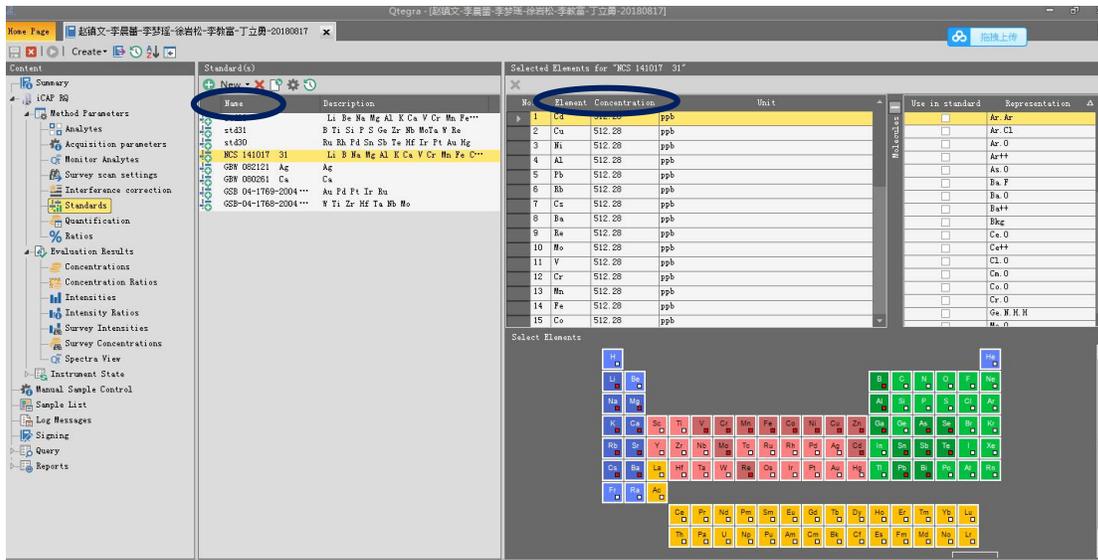
A) Analytes 界面中选择内标元素及待测元素/分子的质量数，单击左键选择推荐质量数，可根据需要点击右键选择其它质量数。



B) Acquisition parameters 界面中设置所选质量数的驻留时间0.1 s和分析模式 STD或KED，扫描次数10。



C) Standards界面中设置标准溶液的名称，界面中输入标准溶液中待测元素的浓度含量及单位（无需选择内标元素）。



Analyte	Measurement Node	Quantify	Internal Standard	Fit Type	Weighting	Forcing	Use for SemiQuant
971a (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
11b (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
238a (OED)	KED	Yes	Use as Internal Standard	Linear	None	Blank	Yes
24Mc (OED)	KED	Yes	Use Interpolation	Linear	None	Blank	Yes
27Aa (OED)	KED	Yes	736a (OED)	Linear	None	Blank	Yes
39E (OED)	KED	Yes	1038a (OED)	Linear	None	Blank	Yes
44Ca (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
455c (OED)	KED	Yes	Use as Internal Stan	Linear	None	Blank	Yes
51V (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
52Cv (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
599c (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
56Fb (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
57Fa (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
59Ca (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
608c (OED)	KED	Yes	455c (OED)	Linear	None	Blank	Yes
63Ca (OED)	KED	Yes	736a (OED)	Linear	None	Blank	Yes
662a (OED)	KED	Yes	736a (OED)	Linear	None	Blank	Yes
716a (OED)	KED	Yes	736a (OED)	Linear	None	Blank	Yes
736a (OED)	KED	Yes	Use as Internal Stan	Linear	None	Blank	Yes
75Aa (OED)	KED	Yes	1038b (OED)	Linear	None	Blank	Yes
775a (OED)	KED	Yes	1038b (OED)	Linear	None	Blank	Yes
95Ba (OED)	KED	Yes	1038b (OED)	Linear	None	Blank	Yes
98Cf (OED)	KED	Yes	1038b (OED)	Linear	None	Blank	Yes
99Wc (OED)	KED	Yes	1038b (OED)	Linear	None	Blank	Yes
1038b (OED)	KED	Yes	Use as Internal Stan	Linear	None	Blank	Yes
111Cz (OED)	KED	Yes	1038b (OED)	Linear	None	Blank	Yes

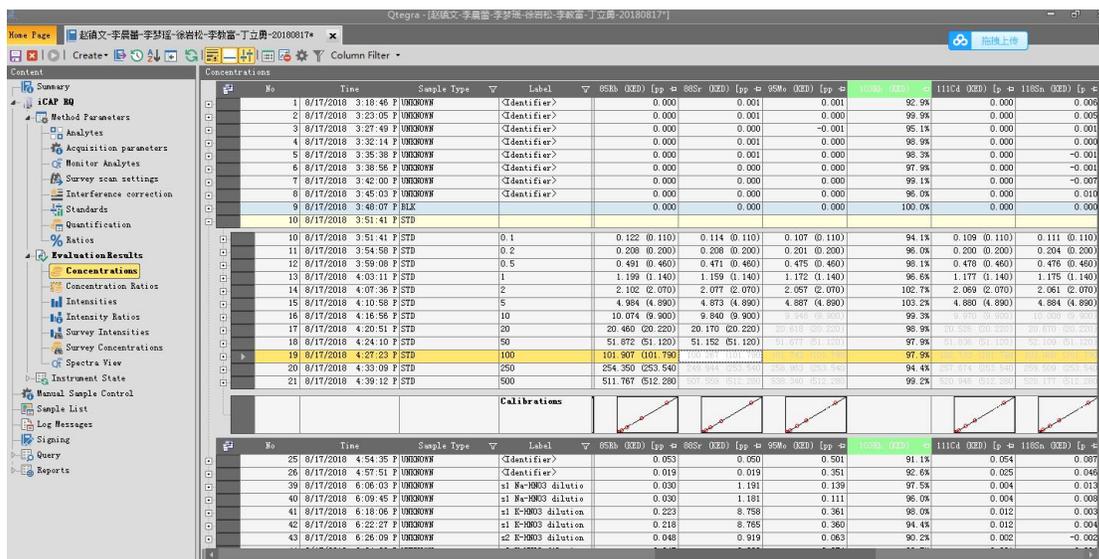
E) Manual Sample Control界面中设置Uptake样品提升时间45 s和Wash冲洗时间15 s。

F) Sample List界面中输入测试样品的信息，其中Suyvay Runs中设置成1可进行半定量扫描，常规设置0；Main runs设置3，一次进样测试3次；取消勾选Evaluate则在结果中不显示对应内容；Sample Type中设置样品类型，若为标准溶液空白则选择BLK，若为标准溶液则选STD，若为样品则选择UNKNOWN；Standard中选择标准溶液名称；Dilution Factor为样品或标准溶液稀释倍数（用单标或混标配制标准溶液，标准溶液浓度之间相差5-10倍，一般至少用5个点，计算出标准溶液中最高浓度与每一个浓度之间的稀释倍数）。

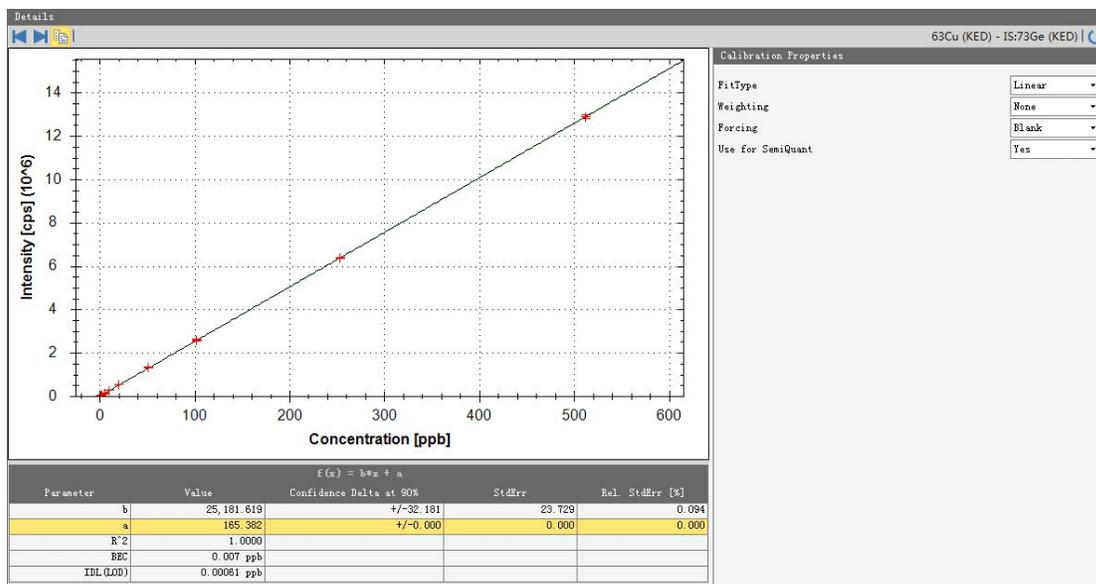
ID#	Status	Survey Runs	Main Runs	Comment	Evaluate	Sample Type	Standard	Dilution Fact	Amount	Final Qty
1	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
2	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
3	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
4	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
5	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
6	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
7	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
8	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
9	blk	0	3	Comment	✓	BLK				
10	0.1	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	4697.090009		
11	0.2	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	2561.4		
12	0.5	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	1113.652174		
13	1	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	449.3684211		
14	2	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	247.4762009		
15	5	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	104.7607362		
16	10	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	51.74545455		
17	20	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	25.39531157		
18	50	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	10.0212676		
19	100	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	5.032714412		
20	250	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31	2.020599584		
21	500	0	3	Comment	✓	STD	NCS 141017 31			
22	Identifier	0	3	Comment	☐	UNKNOWN				
23	Identifier	0	3	Comment	☐	UNKNOWN				
24	Identifier	0	3	Comment	☐	UNKNOWN				
25	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
26	Identifier	0	3	Comment	✓	UNKNOWN				
27	李梦瑶空白	0	3	Comment	☐	UNKNOWN				
28	李梦瑶空白	0	3	Comment	☐	UNKNOWN				

## 2) Evaluation Results中分析实验结果

A) Concentrations中显示测试结果，包括校准曲线信息、内标校正回收率、测试结果等。可根据测试结果重新选择标准溶液浓度范围，以得到更加准确的测试结果(如果样品的浓度很低可将高浓度的标准溶液从标准曲线中剔除后重新定量)。



双击校准曲线小图，可查看标准曲线详细信息，包括线性、BEC、IDL等。



C) Intensities中显示各样品待测质量数的信号强度值（包括内标）。

E) Survey Intensities当做半定量扫描时显示所有扫描元素的强度信号。

F) Survey Concentrations当做半定量扫描时显示所有扫描元素的含量值。

G) Instrument State显示每个样品测试时重要仪器参数的反馈值。

### 三、熄火（由Operate返回Standby状态）

1) 确认所有样品已分析完成，将样品管与内标管放入干净的稀酸溶液进样，进行彻底清洗，确保进样系统中已无高浓度元素残留，切换至STD模式，更换超纯水对进样系统进行冲洗（至少5分钟）。



2) 单击Off → YES，仪器会自动执行关闭滑阀、熄火、冷却矩管等一系列动作并最终回到Standby状态。

3) 待仪器回到Standby状态后，关闭循环水，排风，Ar气开关及增压阀开关，He气开关，松开蠕动泵泵夹，倒废液。

## 第四部分、数据处理

详见第三部分。

## 第五部分、测试注意事项

1、元素分析仪测试项目：CHN、S、O定量分析

F含量高的样品所有测试均不适合，含金属元素、P、Si、F样品不能测O

2、电感耦合等离子体质谱测试项目：除C、H、O、N、F，卤素及S、Si、P以外的金属元素及部分非金属元素的定量分析。

消解过程必须注意用酸安全，需了解样品特性（物理化学性质），在酸中的稳定性及反应剧烈程度（放能化合物），微波消解样品更需注意安全，高氯酸及有机溶剂等严禁微波消解。

## 第六部分、常见问题及解决

### 仪器一、元素分析仪

1) 测试结果与理论值不符

解答：说明样品纯度不高，可继续提纯，干燥，重新测试。

2) 样品纯度很高，但是测试结果与理论值不符

解答：样品纯度很高，但是如果内含水或其他溶剂，会导致测试结果不准确。

3) 两次或多次测试结果之间误差很大

解答：一般提供两次平行的测试结果（误差小于3%），但是样品不均匀会导

致测试结果之间误差很大。

## 仪器二、电感耦合等离子体质谱

### 1) 测试结果与理论值不符

解答：严格的样品前处理是准确量的前提，必须严格按照前处理要求处理样品，需确定待测元素是否完全溶于待测溶液，溶液是否被污染。

### 2) 如何确定前处理是否操作失误

解答：待测样品与平行样做对比，如果测试结果误差很大应检查前处理是否存在处理不当。