

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2020.06.09

两种不同方法测定铑粉中杂质元素含量的对比

江丹平¹, 吕景波¹, 雷继锋¹, 付丰年¹郝海英¹, 户赫龙¹, 于文军¹, 焦永振¹, 董亭义^{1,2}

(1. 北京翠铂林有色金属技术开发中心有限公司, 北京 100088; 2. 有研亿金新材料有限公司, 北京 102200)

摘要: 金属铑粉在汽车催化剂、气体传感器、生物医药、化工等领域有着非常广泛的应用, 其纯度会直接影响产品的性能, 因此准确测定铑粉中的杂质含量进而计算出铑粉纯度数据至关重要。目前常用的铑粉杂质检测方法有电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)和辉光放电质谱法(GD-MS), 为比较二者的实际应用效果, 通过六西格玛统计方法对两种检测方法得到的数据进行对比, GDMS测出的Ir、Ru、Si含量偏高, Al含量偏低。通过对灵敏度因子进行校正, GDMS的检测结果有明显改善, 与ICP-AES测出的结果无明显差异。

关键词: 铑; 电感耦合等离子体发射光谱; 辉光放电质谱; 假设检验; minitab

中图分类号: TB99

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2020)06-0045-06

Comparison of Two Different Methods for Determining

Content of Impurity Elements in Rhodium Powder

JIANG Danping¹, LV Jingbo¹, LEI Jifeng¹, FU Fengnian¹HAO Haiying¹, HU Helong¹, YU Wenjun¹, JIAO Yongzhen¹, DONG Tingyi^{1,2}

(1. Beijing Trillion Metals Co., Ltd, Beijing 100088, China; 2. Grikon Advanced Material Co., Ltd, Beijing 102200, China)

Abstract: Rhodium is widely used in automotive catalysts, gas sensors, biomedical, chemical industry and etc. Its purity will directly affect the performance of the product, so accurate determination of the content of impurities in rhodium is of great importance. At present, the commonly used detection methods are inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES) and glow discharge mass spectrometry (GDMS). The data obtained by the two detection methods are compared with the Six Sigma statistical method, the content of Ir, Ru, Si measured by GDMS was higher, the content of Al was lower. By correcting the sensitivity factor, the test results of GDMS were improved significantly, and there was no significant difference between GDMS and ICP-AES.

Key words: Rhodium; inductively coupled plasma emission spectrometry; glow discharge mass spectrometry; hypothesis testing; minitab

0 引言

铑(Rh), 属铂族金属, 在现代工业中有着广泛的应用^[1]。铑催化剂可用于净化汽车尾气中的氮氧化物^[2]; 铂铑合金是最常用的热电偶丝材料, 广泛应用于温度测量; 在生物医药、化工、燃料电池等领域, 铑及其合金也是常用的催化剂^[3-5]。铑粉的纯度会直接影响其在各个领域的应用, 因此准确测定铑粉中的杂质元素含量极为重要。目前常用的铑粉杂质含量测定方法主要有ICP-AES和GDMS两种。

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES, Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry), 主要用于样品中元素的定性和定量分析。ICP-AES强大的定量分析功能使其在样品元素分析中运用广泛, 涉及

的领域包括纳米、催化、能源、化工、生物、地质、环保、医药、食品、冶金、农业等^[6-8]。现行国标使用ICP-AES检测铑粉中的杂质元素含量^[9]。ICP-AES具有诸多优点: ①可同时测试多种元素; ②灵敏度高, 检测限低; ③测试范围宽, 能够同时测试低含量成分和高含量成分。但也有缺点: ①Rh基体元素难溶, 根据国标要求需溶解48 h, 时效性较差, 实际操作中若使用微波消解或加温加压的方式降低溶解时间又对设备有较高的要求; ②使用该方法检测时样品有损耗, 尤其随着铑粉价格的不断提高, 经济损失问题愈发明显。

辉光放电质谱法(GDMS, glow discharge mass spectrometry), 是利用辉光放电源作为离子源与质谱仪器连接进行质谱测定的一种分析方法。GDMS在多个科学领域均获得重要应用^[10]。在材料科学领域, GDMS

成为反应性和非反应性等离子体沉积过程的控制和表征工具。目前 GDMS 已成为无机固体材料,尤其是高纯材料杂质成分分析的重要方法之一。GDMS 具有样品准备过程简单、分析速度快、基体效应小、线性范围宽等优点,是痕量分析的一种重要手段^[11]。但是 GDMS 也有一些缺点:①由于缺乏相应的标准物质,该方法的测量准确度不高;②由于不涉及溶样过程,因此不能测出是否含有难溶性杂质。

为了对比 ICP-AES 和 GDMS 两种检测方法的实际应用效果,选取同一铈粉样品分别使用这两种方法进行杂质含量测定,使用假设检验的方法对检测结果进行分析^[12];并利用 minitab 软件^[13]输入两种方法测得的结果,选择“统计>基本统计量>单样本 t”检验,省去手动计算过程,快速得到两种检测方法是否有显著的差异的结论。

1 实验对比

1.1 ICP-AES 检测方法

配制标准溶液:首先使用质量分数 $\geq 99.99\%$ 的高纯金属配制所有待测杂质元素标准贮存溶液,浓度均为 1 mg/mL;然后配制混合标准溶液:Pt, Pd, Ir, Ru, Al, Mg 混合, Au, Ag, Sn, Zn, Mn 混合, Pb, Cu, Ni, Fe 混合, Si 单独配制,所有元素浓度均为 50 $\mu\text{g/mL}$,再配制成浓度梯度为 0/0.05/0.1/0.5/1/5/10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。

检验步骤:称取 0.1000 g 铈粉试样,放入聚四氟乙烯消解罐中,加入一定量的盐酸和过氧化氢,在特定的条件下溶解试样,待试样完全溶解后转移至聚四氟乙烯烧杯中,低温加热至体积约为 3 mL,移入 10 mL 容量瓶定容并混匀;随同试样做空白试验。在选定的 ICP 仪器程序下,测定配制好的标准溶液,若所有待测元素工作曲线线性系数 ≥ 0.9995 ,则测定待测试样和空白试验试样,计算出杂质元素质量分数。

杂质元素质量分数 $\omega_{(X)}$ 计算公式为

$$\omega_{(X)} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V}{m_0 \times 10^6} \times 100\% \quad (1)$$

式中: ρ_1 为工作曲线上查得试样溶液中被测杂质元素的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$; ρ_0 为工作曲线上查得空白试样溶液中被测杂质元素的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$; V 为试液总体积, mL; m_0 为试料质量, g。

1.2 GDMS 检测方法

将待测铈粉试样约 5 g 试样放入压片机压成片状,装入样品架。将辉光放电离子源溅射条件调节到合适

的工作状态,之后开始辉光放电,经过一定时间的预溅射后,测试数据达到稳定。调出编辑好的程序,开始采集试样的测量数据,当连续 3 次测定的数据相对标准偏差 $<5\%$ 时,取其平均值作为测量结果。

杂质元素质量分数 $\omega_{(X)}$ 计算公式为

$$\begin{aligned} \omega_{(X)} &= \frac{RSF_{(X/Rh)} \times (I_X \cdot A_{Rh})}{I_{Rh} \cdot A_X} \cdot \omega_{Rh} \\ &= \frac{SF_X}{SF_{Rh}} \times (I_X \cdot A_{Rh}) \\ &= \frac{I_{Rh} \cdot A_X}{I_{Rh} \cdot A_X} \cdot \omega_{Rh} \end{aligned} \quad (2)$$

式中: $\omega_{(X)}$ 为待测元素的质量分数, $\mu\text{g/kg}$; $RSF_{(X/Rh)}$ 为待测元素的相对灵敏度因子; SF_X 为待测元素的灵敏度因子; SF_{Rh} 为 Rh 元素的灵敏度因子; I_X 为待测元素的同位素谱峰强度,以每秒计数(cps)表示; I_{Rh} 为 Rh 元素的同位素谱峰强度,以每秒计数(cps)表示; A_X 为待测元素的同位素丰度; A_{Rh} 为 Rh 元素的同位素丰度; ω_{Rh} 为 Rh 元素的质量分数定义为 1.00×10^9 , $\mu\text{g/kg}$ 。

2 实验结果与分析

2.1 检测结果

所有 15 个样品的检测结果如表 1 和表 2 所示。

在 ICP-AES 的检测结果中,ND 代表未检出该杂质元素,即元素含量低于检出限。除 Pt, Al 和 Fe 外,其余元素检测结果均有 ND,故其余元素含量未计算平均值。

通过对比分析,所测的十六种杂质元素可以分为三类:

- 1) ICP-AES 和 GDMS 均能测出含量,包含 Pt, Al, Fe;
- 2) ICP-AES 未测出(ND)或测出的含量很低(低于 2×10^{-5}),同一元素用 GDMS 测出的含量明显高于 ICP-AES 的检测结果,包含 Ir, Ru, Si;
- 3) ICP-AES 未测出(ND)或测出的含量很低(低于 2×10^{-5}),同一元素用 GDMS 测出的含量也很低(低于 2×10^{-5}),包括 Pd, Mg, Au, Ag, Sn, Mn, Pb, Cu, Ni, Zn。

针对第一类元素 Pt, Al, Fe,通过两种检测方法的结果的平均值和标准差可以直观地进行对比,但无法确定两种检测方法是否有显著差异,需要使用假设检验的方法对数据进行分析,以确定两种检测方法是否存在显著的差异;针对第二类元素 Ir, Ru, Si, GDMS 检测的结果要明显高于 ICP-AES 检测的结果,分析原因,并针对性采取措施进行改善;第三类元素两种方法的检测结果接近,不做分析。

表 1 ICP-AES 检测结果 × 10⁻⁶

样品编号	Pt	Pd	Ir	Ru	Al	Mg	Au	Ag	Sn	Zn	Mn	Pb	Cu	Ni	Fe	Si
样品 1	22.3	2.9	ND	15.8	10.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	18.4	ND
样品 2	10.4	16.2	ND	17.3	5.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	3.8	6.0	ND	10.9	ND
样品 3	17.8	5.5	ND	12.6	5.0	ND	ND	ND	ND	ND	ND	4.0	2.6	ND	11.4	ND
样品 4	22.6	12.0	ND	6.0	7.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	3.8	ND	16.6	ND
样品 5	26.3	ND	ND	15.3	8.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	10.0	ND
样品 6	38.1	ND	ND	11.1	7.6	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	7.0	ND	13.0	ND
样品 7	21.9	7.9	ND	ND	9.1	ND	ND	5.5	ND	11.0	ND	ND	ND	ND	5.8	ND
样品 8	29.3	ND	ND	ND	8.1	ND	ND	ND	ND	6.4	ND	ND	4.9	ND	16.1	ND
样品 9	3.7	ND	ND	ND	8.8	ND	ND	9.1	ND	9.0	ND	ND	13.3	ND	15.5	ND
样品 10	10.1	ND	ND	ND	7.6	ND	ND	3.9	ND	5.3	ND	11.1	2.9	ND	10.2	ND
样品 11	8.8	ND	ND	16.8	4.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	12.3	ND
样品 12	2.5	ND	ND	ND	6.8	ND	ND	ND	ND	ND	ND	20.0	3.2	ND	15.0	ND
样品 13	11.5	7.6	ND	ND	9.7	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	7.7	ND	19.6	ND
样品 14	5.0	9.1	ND	ND	9.3	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	12.0	ND
样品 15	5.4	8.3	ND	15.8	23.1	ND	ND	ND	ND	12.0	ND	ND	11.0	ND	24.5	ND
平均值	15.7	—	—	—	8.8	—	—	—	—	—	—	—	—	—	14.0	—

表 2 GDMS 检测结果 × 10⁻⁶

样品编号	Pt	Pd	Ir	Ru	Al	Mg	Au	Ag	Sn	Zn	Mn	Pb	Cu	Ni	Fe	Si
样品 1	8.58	1.20	48.70	13.00	0.80	0.20	0.10	5.90	0.07	0.40	0.10	1.30	4.10	1.00	8.90	37.70
样品 2	9.69	7.20	45.80	7.30	2.00	0.40	0.40	5.90	0.07	0.40	0.10	1.00	12.50	2.10	12.70	14.20
样品 3	1.20	0.50	46.90	46.90	2.40	1.90	0.01	0.60	0.14	0.90	0.20	0.90	8.50	1.30	18.50	20.10
样品 4	52.30	4.80	66.70	39.00	2.00	0.70	0.03	5.20	0.20	1.20	0.30	0.70	9.90	3.40	21.40	91.10
样品 5	0.48	0.20	26.30	5.80	1.00	0.50	0.01	0.60	0.10	0.10	0.10	2.70	5.10	0.80	10.50	9.50
样品 6	11.60	3.90	71.00	31.00	3.00	0.40	0.06	5.20	0.50	0.80	0.20	15.30	5.70	1.50	6.80	28.00
样品 7	35.40	3.00	44.20	8.00	1.20	0.50	0.02	15.50	0.70	0.30	0.10	6.40	6.20	1.50	6.50	8.00
样品 8	4.49	3.30	88.70	54.40	1.50	0.50	0.30	3.40	0.30	1.20	0.20	19.40	3.80	1.90	10.80	12.10
样品 9	14.70	5.50	58.70	29.10	1.30	0.20	0.40	3.10	2.50	0.20	0.20	10.30	2.90	1.10	9.50	17.40
样品 10	9.64	2.60	119.00	62.00	0.70	0.40	0.01	7.40	0.05	0.10	3.30	2.10	0.90	5.80	6.60	5.90
样品 11	18.80	3.70	160.00	23.90	2.30	0.90	0.06	1.30	0.10	0.30	0.30	5.10	3.10	3.00	13.90	17.10
样品 12	39.30	9.90	99.40	49.10	3.20	0.60	0.20	2.40	0.03	0.30	0.10	1.40	3.20	1.20	12.60	29.60
样品 13	36.30	9.50	83.30	39.70	0.60	0.60	0.05	0.80	0.02	0.20	0.10	0.90	2.90	1.40	7.30	6.40
样品 14	14.50	6.40	39.00	6.10	2.40	3.90	0.01	3.30	0.30	0.90	0.30	11.90	4.20	1.70	14.30	15.50
样品 15	49.50	4.90	99.90	7.10	1.50	0.50	0.02	2.00	0.30	0.50	0.10	4.90	6.40	1.90	8.20	26.00
平均值	20.4	4.4	73.2	28.2	1.7	0.8	0.1	4.2	0.4	0.5	0.4	5.6	5.3	1.9	11.2	22.6

2.2 第一类元素结果分析

以 Fe 元素为例, 两种检测方法的检测结果如表 3 所示。

表 3 两种检测方法测 Fe 元素含量对比 $\times 10^{-6}$

样品编号 i	x_i (ICP-AES)	y_i (GDMS)	$d_i = x_i - y_i$
样品 1	18.4	8.9	9.5
样品 2	10.9	12.7	-1.8
样品 3	11.4	18.5	-7.1
样品 4	16.6	21.4	-4.8
样品 5	10.0	10.5	-0.5
样品 6	13.0	6.8	6.2
样品 7	5.8	6.5	-0.7
样品 8	16.1	10.8	5.3
样品 9	15.5	9.5	6.0
样品 10	10.2	6.6	3.6
样品 11	12.3	13.9	-1.6
样品 12	15.0	12.6	2.4
样品 13	19.6	7.3	12.3
样品 14	12.0	14.3	-2.3
样品 15	24.5	8.2	16.3
平均值	$\bar{x} = 14.0867$	$\bar{y} = 11.2333$	$\bar{d} = 2.8533$
标准差	$s_x = 4.6076$	$s_y = 4.4246$	$s_d = 6.5008$

首先需要对检测值进行正态性检验, 使用 minitab 软件检验的结果如图 1, 图 2 所示, x_i 正态检验的 P 值为 0.695, y_i 正态检验的 P 值为 0.186, 均大于 0.05, 表明检测值均符合正态分布, 可以进行假设检验。

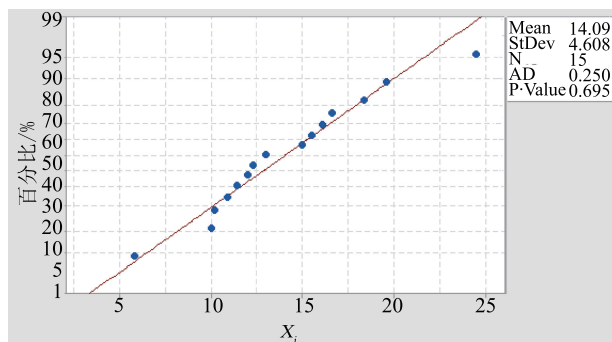


图 1 ICP-AES 测定的 Fe 含量 X_i 的正态性检验结果

由于对比的对象是同一样品采用不同检验方法测

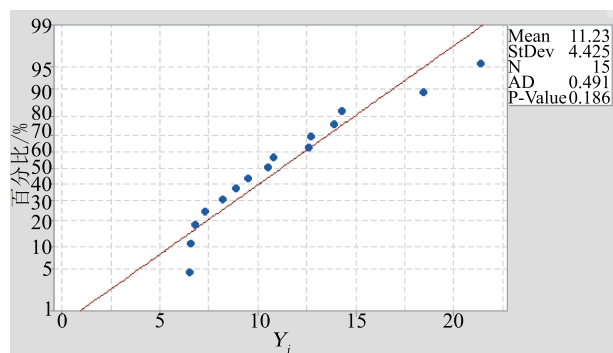


图 2 GDMS 测定的 Fe 含量 Y_i 的正态性检验结果

得的结果, 样品间的检测结果相差很大, 该差别不是由测量误差引起的, 每次测定的结果不仅与检验方法有关, 还与该样品中的 Fe 含量有关, 因此不能使用普通的两样本均值检验, 而应使用配对数据检验, 计算同一样品的两个测量结果之差, 根据此差值的均值是否为 0 得出结论, 若差值的均值为 0 则证明两种方法的测定结果无显著的差异, 若均值不为 0 则证明两种方法的测定结果有显著的差异。

令 $d_i = x_i - y_i$ ($i = 1, 2, \dots, n$), 可以把其看做是来自如下正态总体的样本的观察值。

$$D = X - Y \sim N(\mu_1 - \mu_2, \sigma_1^2 + \sigma_2^2) = N(\mu, \sigma^2) \quad (3)$$

式中: N 代表正态分布; μ 为平均值; σ 为标准差。

则检验 μ_1 和 μ_2 是否相等的问题就转化为检验如下假设:

$H_0: \mu = 0, H_1: \mu \neq 0$, 是单个正态总体均值是否为 0 的检验问题。由于 σ 未知, 因此针对此问题使用 t 检验方法, 检验统计量变为

$$t = \frac{\bar{d}}{s_d / \sqrt{n}} \quad (4)$$

式中: t 代表 t 检验; $\bar{d}$ 为两种方法测定结果差值的平均值; s_d 为两种方法测定结果差值的标准差; n 为样品数量。

当样品数量 n 为 15 时, 通过查表可知在 $\alpha = 0.05$ 时的拒绝域为

$$\{|t| \geq t_{1-\alpha/2}(n-1)\} = \{|t| \geq 2.145\} \quad (5)$$

式中: α 为显著性水平。

代入 $n = 15, \bar{d} = 2.8533, s_d = 6.5008$, 可求得

$$t = \frac{\bar{d}}{s_d / \sqrt{n}} = \frac{2.8533}{6.5008 / \sqrt{15}} = 1.700$$

样本未落在拒绝域内, 所以可以认为两种检测方法测定的 Fe 含量没有显著的差异。

使用 minitab 软件, 对于差值进行单样本均值是否

为零的检验,结果如图3所示。

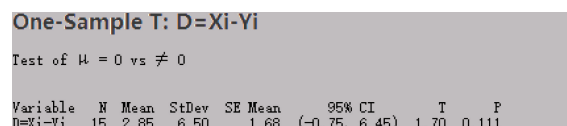


图3 使用minitab软件进行均值检验的结果

得到的 P 值为0.111,大于给定的 $\alpha = 0.05$,因此无法拒绝原假设,得到同样的结论:两种检验方法测定的Fe含量无显著差异。

同样使用假设检验的方法对两种检验方法测得的Pt和Al含量进行分析,得出的 P 值分别为0.440和0.000,表明两种检验方法测得的Pt含量无显著差异,Al含量有显著差异,ICP-AES测的Al含量明显高于GDMS。

2.3 原因分析和改善措施

由以上分析可以得出,GDMS测出的Ir,Ru,Si含量明显高于ICP-AES测出的结果,GDMS测出的Al含量明显低于ICP-AES测出的结果,从GDMS的检测原理分析原因并改善。

从GDMS杂质元素的计算公式中可以看出,相对灵敏度因子 $RSF_{(X/Rh)}$ 直接影响检测结果,为待测元素与基体Rh的灵敏度之比,以Ru为例,用高纯Ru粉(99.95%)作为质控样对Ru的灵敏度因子进行校正后,再检测Rh中的Ru含量结果如表4所示。

表4 校正灵敏度因子后Ru含量的检测结果 $\times 10^{-6}$

样品编号 i	x_i (ICP-AES)	y_i (GDMS)	$d_i = x_i - y_i$
样品1	15.3	18.2	-2.9
样品2	13.2	11.7	1.5
样品3	11.5	13.6	-2.1
样品4	19.6	15.4	4.2
样品5	14.0	15.1	-1.1
样品6	16.1	16.8	-0.7
样品7	12.3	16.4	-4.1
样品8	16.1	17.8	-1.7
样品9	14.3	13.5	0.8
样品10	14.2	16.5	-2.3
平均值	$\bar{x} = 14.66$	$\bar{y} = 15.50$	$\bar{d} = -0.84$
标准差	$s_x = 2.2955$	$s_y = 2.0629$	$s_d = 2.4263$

利用上述的假设检验方法和minitab软件,得出10个样品用两种检验方法测出的结果正态性检验的 P 值分别为0.540和0.688,表明均符合正态分布,配对数据检验差值为零的假设检验 P 值为0.302,表明两种检验方法测出的结果无显著差异,说明经过灵敏度因子校正后GDMS的检测结果更接近实际。同样对Ir,Si,Al的灵敏度因子进行校正后,GDMS测得的Ir和Si的含量降低至 10^{-5} 以下,与ICP-AES测得的结果ND接近;两种方法测得的Al含量的数据经假设检验和minitab软件得到的配对数据检验差值为零的假设检验 P 值为0.425,表明两种方法测出的结果无明显差异。

3 结论

分别采用ICP-AES和GDMS两种方法检验高纯铑粉中的十六种杂质元素,其中十二种元素的检测结果接近,四种元素的检测结果有显著差异:GDMS测出的Ir,Ru,Si含量偏高,Al含量偏低。通过校正灵敏度因子,GDMS的检测结果显示有明显改善,与ICP-AES测出的结果无明显差异。在实际应用中,针对合格供应商生产的不同批次的样品,可以定期送ICP检测,其余送GDMS检测以降低成本;针对新增供应商或对质量有疑议的样品送ICP检测。根据实际情况结合使用两种检测方法,达到最佳应用效果。

参 考 文 献

- [1] 郝海英,户赫龙,于文军,等. 贵金属功能材料发展现状及趋势[J]. 贵金属,2019,40(S1): 52-57.
- [2] 康新婷,汤慧萍,张健,等. 汽车尾气净化用贵金属催化剂研究进展[J]. 稀有金属材料与工程,2006,35(S2): 442-447.
- [3] 郭猛. 在药物合成中负载型贵金属催化剂的应用[J]. 化工管理,2014(2): 158.
- [4] 贺小塘,赵雨,王欢,等. 铂族金属催化网在硝酸工业中的应用[J]. 贵金属,2014,35(S1): 158-163.
- [5] Na-Rh/ γ - Al_2O_3 催化剂的表征及其对CO选择氧化的催化性能[J]. 催化学报,2007,28(1): 27-33.
- [6] 李光俐,甘建壮,马媛,等. 多元光谱拟合校正电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铑粉中19种杂质元素[J]. 冶金分析,2014,34(5): 35-40.
- [7] 张新华,李惠芬,赵云昆. ICP-AES等效浓度差减法测定铂网中的钯铑及杂质元素[J]. 贵金属,1997,18(1): 28-30.

- [8] 江彩英, 张文梅, 史慧芳, 等. ICP-AES 测定金属钯中杂质元素[J]. 光谱实验室, 2003, 20(4): 593-597.
- [9] 全国有色金属标准化技术委员会. GB / T 1421 - 2018 铈粉[S]. 2018.
- [10] Wayne D M, Yoshida T M, Vance D E. Analysis of trace impurities in palladium metal powders by glow discharge mass spectrometry[J]. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 1996, 11(9): 861-869.
- [11] 徐常昆, 周涛, 赵永刚. 辉光放电质谱应用和定量分析[J]. 岩矿测试, 2012(2): 47-56.
- [12] 何桢. 六西格玛管理(第三版)[M]. 中国人民大学出版社, 2014.

- [13] 江丹平, 张向军, 陈万朋, 等. 应用 minitab 进行实验测量系统分析改进实例[J]. 计量技术, 2019, 9: 43-47.

收稿日期: 2020-10-15; 修回日期: 2020-11-09

作者简介

江丹平(1986-), 男, 河北邯郸人, 高级工程师, 硕士, 主要研究方向为质量管理、六西格玛管理和应用。



《化学分析计量》2020 年第 6 期目次

标准物质

甲基对硫磷溶液标准物质的研制

甲醇中五氯硝基苯溶液标准物质研制

分析测试

分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定玉米油中 4 种黄曲霉毒素

顶空气相色谱法测定固体废物中氰化物

微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法同时测定汽车内饰塑料件中 8 种元素

气相色谱法同时测定禾谷类农作物中甲草胺、乙草胺和丁草胺

离子色谱法同时测定地下水中 8 种无机阴离子

微流控芯片-表面增强拉曼光谱法快速测定污水中氯胺酮

电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定多金属矿石中铜、铅、锌、银

烘箱消解-重铬酸钾滴定法测定水质中 COD

电感耦合等离子体质谱法测定医用镍钛形状记忆合金中钴、铜、铬、铁、镍

气相色谱-质谱法同时测定海水中甲基汞、乙基汞和三丁基锡

超高效液相色谱-串联质谱法同时测定蔬菜中 12 种杀菌剂

原子荧光光谱法测定土壤和沉积物中痕量铋

滤纸制样-X 射线荧光光谱法同时测定血液中 7 种微量元素

快速溶剂提取-GC-MS/MS 法测定土壤中三唑磷、螺螨酯、异菌脲、氰氟草酯和多效唑

高频红外碳硫仪测定土壤和沉积物中有机质

离子色谱-抑制电导法同时测定聚乙二醇中 7 种阴离子

低压顶空固相微萃取-气相色谱-串联质谱法测定土壤中酞酸酯类化合物

气相色谱-质谱法测定芹菜中 6 种增塑剂

离子选择性电极法测定氟石膏中氟

顶空-气相色谱法测定食品接触材料及制品中异戊二烯迁移量

称重分液-火焰原子吸收光谱法测定高品位金矿石中金

微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨矿石中钨

X 射线荧光光谱法测定钽铌矿石中铈

丁二酮肟分光光度法测定不锈钢中镍

计量技术

比色法总磷自动监测仪的校准

实验室管理

山东省水中重金属元素检验检测能力验证结果分析

车用陶瓷催化剂中贵金属检测能力验证结果分析

不确定度

分光光度法测定饲料中尿素不确定度评定

高效液相色谱-串联质谱法测定鲜活小龙虾中孔雀石绿不确定度评定

离子色谱法测定环境空气 PM_{2.5} 中硫酸根离子浓度不确定度评定

综述

油田化学剂中有机氯测定方法综述

生物样品中芬太尼类物质检测技术研究进展

SI 基本单位重新定义后国外计量测试技术发展综述