



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3510—2013

进出口铅矿中砷、镉、铜、镍、铅、锌的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of arsenic, cadmium, copper, nickel, lead, zinc in lead ore for
import and export—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric
method

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国阿拉山口出入境检验检疫局、中华人民共和国新疆出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国衡阳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：贺国庆、吕新明、热孜婉、王琳琳、钟志光、赵晶晶、张金龙、王东、牟锬。

进出口铅矿中砷、镉、铜、镍、铅、锌的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定进出口铅矿中砷、镉、铜、镍、铅、锌含量的方法。

本标准适用于进出口铅矿中砷、镉、铜、镍、铅、锌含量的测定。各元素测定范围见表 1。

表 1 各元素测定范围

元素	质量分数 %	元素	质量分数 %
Pb	0.20~30.0	Zn	0.20~10.0
As	0.03~3.0	Ni	0.008~0.50
Cd	0.02~0.50	Cu	0.01~3.0

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试料用酸溶法溶解,采用等离子体发射光谱仪测定元素发射强度,根据标准曲线法定量,测定铅矿中砷、镉、铜、镍、铅、锌元素含量。

4 试剂

除非另有说明,所用试剂均为分析纯及以上试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

4.2 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

4.3 硝酸(1+9)。

4.4 铅标准储备液:准确称取 8.00 g 硝酸铅,用 400 mL 硝酸(4.3)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶,稀释至刻度,此溶液 1 mL 中含有 5 mg 铅。

- 4.5 单元素标准贮备溶液:各元素标准溶液按 GB/T 602 方法配制或直接使用单标液标准物质,其中铅单标液质量浓度为 5 000 μg/mL,镉、镍单标液质量浓度均为 100 μg/mL,其他元素单标液质量浓度均为 1 000 μg/mL。
- 4.6 混合标准溶液:移取各元素标准贮备溶液(4.5)置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(4.3)稀释并定容至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含各待测元素量见附录 A。

5 仪器

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 5.2 分析天平,感量为 0.1 mg。

6 试样

试样通过 149 μm 筛网,并在 60 ℃烘箱内烘 4 h 后置于干燥器内冷却至室温,备用。

7 分析步骤

7.1 试料前处理

称取约 0.2 g 试料。精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,用少量水湿润,加入 10 mL 盐酸(4.1),室温放置约 30 min,加入 20 mL 硝酸(4.2),缓慢加热至澄清,继续加热蒸至近干。加 5 mL 硝酸(4.2)加热至近干,重复一次,冷却,以硝酸(4.3)溶解,移至 200 mL 容量瓶中,并以硝酸(4.3)定容至刻度,混匀,随同做空白实验。

7.2 测定

7.2.1 分析线见表 2。

表 2 各元素分析线

元素	Pb	Zn	Cu	As	Ni	Cd
波长/nm	220.353 或 261.400	202.548	224.700	189.041	231.604	228.802

- 7.2.2 按照表 A.1 配制工作曲线,用 ICP-OES 测定混合标准溶液系列中各元素的谱线强度,制作待测元素校准工作曲线。
- 7.2.3 将待测试液依次导入等离子体,分别测定各待测元素分析线处的光谱强度,仪器自动根据标准曲线计算出各元素相应的浓度。仪器分析条件可参照附录 B。

8 分析结果计算

按式(1)计算测定元素的质量分数 w ,数值以 % 表示:

$$w = \frac{(c_x - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w —— 试料溶液中待测元素的质量分数, %;

c_x ——从校准曲线上查得的试料溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 c_0 ——从校准曲线上查得的空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
 m ——试料的质量,单位为克(g)。

试料平行测定两次,结果取平均值,保留至小数点后第二位。若测定元素的质量分数小于 0.10% 时,保留至小数点后第三位;测定元素的质量分数小于 0.010% 时,保留至小数点后第四位;测定元素的质量分数小于 0.001 0% 时,保留至小数点后第五位。

9 精密度

由 8 个实验室对 7 个水平的试样进行方法精密度试验,按照 GB/T 6379.2 进行统计。结果见表 3。

表 3 精密度

元素	质量分数范围 %	重复性限 r	再现性限 R
As	0.03~3.0	$0.001\,74+0.020\,77\,m$	$0.001\,83+0.025\,09\,m$
Cd	0.002~0.50	$-0.000\,051\,2+0.113\,85\,m$	$-0.000\,137+0.193\,61\,m$
Cu	0.01~3.0	$0.047\,5+0.012\,8\ln(m)$	$0.014\,58+0.044\,37\,m$
Ni	0.008~0.50	$0.000\,600\,6+0.043\,23\,m$	$-0.000\,213\,6+0.339\,11\,m$
Pb	0.20~2.0	0.03	0.05
	2.0~10.0	0.06	0.12
	10.0~30.0	0.20	0.30
Zn	0.20~10.0	$0.057\,0+0.022\,2\ln(m)$	$0.045\,23+0.072\,518\,m$

附 录 A
(规范性附录)
标准曲线系列

表 A.1 标准曲线系列 单位为微克每毫升(μg/mL)

序列号	Pb	Zn	Cu	As	Ni	Cd
1	5	1	0.05	0.05	0.01	0.005
2	10	5	0.1	0.1	0.02	0.01
3	25	10	0.3	0.5	0.05	0.05
4	50	20	1	1	0.1	0.1
5	100	40	5	5	0.5	0.5
6	200	70	15	15	1	1
7	300	100	30	30	5	5
注：在实际检测中,可依据样品中各元素的含量,对推荐的标准曲线浓度进行取舍或配制适合于各元素浓度检测的标准曲线系列。						

附录 B¹⁾
(资料性附录)
仪器分析条件及元素检出限

表 B.1 仪器分析条件

项目	仪器参数
分析泵速	75 r/min
RF 功率	1 250 W
辅助气流量	0.75 L/min
雾化器气体流量	0.75 L/min
垂直观测高度	16 mm
分析积分时间	短波 15 s,长波 5 s

表 B.2 元素检出限

元素	检出限 %
As	0.009 0
Cd	0.000 5
Cu	0.003 5
Ni	0.001 8
Pb	0.058 5
Zn	0.051 4

1) 非商业性声明:附录 B 所列参数是美国 ThermoFisher 公司 ICAP6300 等离子发射光谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口铅矿中砷、镉、铜、镍、铅、锌的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
SN/T 3510—2013

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013年8月第一版 2013年8月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25757 定价 16.00 元



SN/T 3510-2013