

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3516—2013

高纯锌中铅、铁、镉、铜、锡、锑的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of lead iron cadmium copper tin antimony in high-purity zinc—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
高纯铟中铅、铁、镉、铜、锡、锑的测定
电感耦合等离子体质谱法

SN/T 3516—2013

*

中国标准出版社出版发行
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 0.5 字数 10 千字
2013年7月第一版 2013年7月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25664 定价 14.00 元

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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：赵泉、张卓、萧达辉、周小丽、周明辉、翟翠萍、郑建国。

高纯锌中铅、铁、镉、铜、锡、锑的测定
电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定高纯锌中铅、铁、镉、铜、锡、锑的电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定。
本标准适用于高纯锌中铅、铁、镉、铜、锡、锑的测定,各元素的检出限见表 1 所示。

表 1 本标准各元素的检出限

元素	Pb	Fe	Cd	Cu	Sn	Sb
检出限/(mg/kg)	0.001	0.5	0.002	0.02	0.001	0.001

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

高纯锌样品,经硝酸消化前处理后,采用 ICP-MS 法测定高纯锌中的铅、铁、镉、铜、锡和锑。

4 试剂和材料

除本部分外均使用优级纯试剂,实验用水应符合 GB/T 6682—2008 中规定的一级水。

- 4.1 硝酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 4.2 硝酸溶液(1+1)。
- 4.3 硝酸溶液(1+19)。
- 4.4 铅、铁、镉、铜、锡、锑的标准储备溶液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.5 内标: ^{45}Sc 、 ^{115}In 、 ^{209}Bi 标准溶液,1 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.6 内标使用液:内标(4.5)稀释 100 倍得到 10 $\mu\text{g/L}$ 。
- 4.7 高纯氩气(纯度大于 99.999%)。

5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪:仪器参数及使用条件参见附录 A。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

6 样品制备

将高纯锌样品剪碎至 2 mm 以下,剪碎后的样品放入袋中备用。

7 分析步骤

7.1 样品处理

称取破碎后样品 0.25 g,准确至 0.1 mg,置于 100 mL 烧杯中,沿壁缓慢加入 5 mL 硝酸(4.2),盖上表面皿,放在电热板上微热,当消化完全时取下烧杯,冷却,移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀备用。每个样品做两次平行测定,同时做试剂空白试验。

7.2 校准曲线

参照 GB/T 602 要求,准确吸取铅、铁、镉、铜、锡、锑的标准储备溶液(4.4),用硝酸溶液(4.3)逐级稀释配制浓度为 0 μg/L、1.0 μg/L、3.0 μg/L、10 μg/L、30 μg/L、100 μg/L 的铅、铁、镉、铜、锡和锑标准系列溶液。

7.3 测定

打开 ICP-MS 仪器,参照附录 A 进行仪器条件参数的优化,待仪器稳定后,选取选择⁴⁵Sc 作为⁵⁶Fe、⁶³Cu、¹¹⁵In 作为¹¹¹Cd、¹¹⁸Sn、¹²¹Sb、²⁰⁹Bi 作为²⁰⁸Pb 的同位素的内标元素,开始测定。若测定结果超出校准曲线范围,应将试液稀释。

7.4 结果计算

高纯锌中铅、铁、镉、铜、锡、锑的含量以质量分数 X 计,单位以 mg/kg 表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times f}{1\,000 \times m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c₁——分析试样的测试溶液中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);
- c₀——试剂空白中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);
- V——测定时的试液体积,单位为毫升(mL);
- f——试样溶液(试液)稀释倍数;
- m——试样的称样质量,单位为克(g)。

测定元素含量小于 1 mg/kg,保留小数点后 3 位,测定元素含量大于等于 1 mg/kg,保留 3 位有效数字。

8 精密度

方法精密度试验见表 2。

表 2 方法的精密度

元 素	重复性限 r	再现性限 R
Fe	0.171	0.207
Cu	0.055	0.077
Cd	0.067	0.072
Sn	0.035	0.044
Sb	0.013	0.026
Pb	0.080	0.099

附 录 A
(资料性附录)
ICP-MS 仪器参考工作条件

表 A.1 ICP-MS 仪器参考工作条件

仪器参数	参数值	仪器参数	参数值
射频功率	1 300 W	雾化器	高盐雾化器(Babington)
采样深度	8.0 mm	采样锥类型和直径	镍锥,0.8 mm
冷却气流量	15 L/min	截取锥类型和直径	镍锥,0.4 mm
辅助气流量	0.4 L/min	采集模式	全定量模式
载气流量	0.8 L/min	点数/质量	3
S/C 温度	2 ℃	重复次数	3
溶液提升速度	0.10 r/s	检测方式	自动

