



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2263—2017
代替 SN/T 2263—2009

煤或焦炭中砷、溴、碘的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of arsenic, bromine and iodine in coal and coke—
Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

2017-07-21 发布

2018-03-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 2263—2009《煤或焦炭中砷、溴、碘的测定 电感耦合等离子体质谱法》。与 SN/T 2263—2009 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 重新规定了标准中溴和碘的测定范围;
- 修改了“4 试剂与材料”,增加了“4.4 氨水”;
- 修改了“4 试剂与材料”,清洗液修改为“取 5 mL 氨水(4.4),置于 500 mL 塑料容量瓶中,加水混匀”;
- 修改了“5 仪器”,增加了“5.4 塑料容量瓶,100 mL”;
- 修改了“7.4 标准溶液工作曲线绘制”,标准溶液浓度修改为“标 1:15,30,15,10;标 2:30,60,30,10;标 3:100,200,100,10”。

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:中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:张琳琳、徐杰、王兵、周海明、朱志秀、孙明星。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN/T 2263—2009。

煤或焦炭中砷、溴、碘的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体质谱法测定煤或焦炭样品中砷、溴和碘的方法。

本标准适用于煤或焦炭中的砷、溴、和碘的电感耦合等离子体质谱法测定。其测定范围:砷为 0.30 mg/kg~200 mg/kg; 溴为 50 mg/kg~300 mg/kg; 碘为 10 mg/kg~200 mg/kg。

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 474 煤样的制备方法

GB/T 19494.2 煤炭机械化采样 第2部分:煤样的制备

3 方法提要

试样先经硝酸预消解,然后采用高温压力微波密闭消解——混合酸溶处理,再经氧化剂稳定,稀释定容后,用钢做内标进行 ICP-MS 测定,以质荷比强度与其元素浓度的定量关系,测定样品中砷、溴和碘含量。

4 试剂与材料

除非另有说明,本标准仅使用分析纯及以上的试剂,水为二次蒸馏水或相当纯度的水。如果有条件,可选用亚沸蒸馏水。

4.1 硝酸(优级纯, $\rho=1.42$ g/mL)。

4.2 氢氟酸(分析纯, $\text{HF}\geq 40\%$)。

4.3 过氧化氢(分析纯, $\text{H}_2\text{O}_2\geq 30\%$)。

4.4 氨水。

4.5 硼酸。

4.6 硝酸(1+1)。

4.7 硝酸(1/9)。

4.8 四氟硼酸,50%(质量分数)。

4.9 过硫酸钠,10%(质量分数)。准确称取过硫酸钠 10 g 溶于 90 mL 水的烧杯中,存于棕色试剂瓶中,现用现配。

4.10 砷元素标准储备溶液:砷质量浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。直接购买有标准物质证书且在有效期内的元素标液。

4.11 溴元素标准储备溶液:溴质量浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。直接购买有标准物质证书且在有效期内的元素标液。

4.12 碘元素标准储备溶液:碘质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。直接购买有标准物质证书且在有效期内的元素标液。

4.13 钪标准储备液:钪质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，直接购买有标准物质证书且在有效期内的元素标液。

4.14 砷标准工作溶液:质量浓度均为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确移取砷元素标准储备液(4.10)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(4.1),再用水逐级稀释定容。密闭、避光,室温下可保存 30 d。

4.15 溴标准工作溶液:质量浓度均为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确移取溴元素标准储备液(4.11)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(4.1),再用水逐级稀释定容。密闭、避光,室温下可保存 30 d。

4.16 碘标准工作溶液:质量浓度均为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确移取碘元素标准储备液(4.12)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(4.1),再用水逐级稀释定容。密闭、避光,室温下可保存 30 d。

4.17 钪标准工作溶液,质量浓度均为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。准确移取钪元素标准储备液(4.13)于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸(4.1),再用水逐级稀释定容。密闭、避光,室温下可保存 30 d。

4.18 高纯氩气:纯度大于 99.999%。

4.19 清洗液:取 5 mL 氨水(4.4),置于 500 mL 塑料容量瓶中,加水混匀。

5 仪器

5.1 电感耦合等离子体质谱仪,仪器工作条件及仪器参数使用参见附录 A。

5.2 高温压力微波消解炉,配有耐高温压力密封消解罐,其工作条件参见附录 B。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4 温控加热板:温度能够维持在 $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 微量取液器:1 000 μL 、100 μL 、10 μL 。

5.6 塑料容量瓶:100 mL。

注:实验所用消解罐、塑料容量瓶等均用硝酸(1+9)(4.7)浸泡 24 h 以下,用水冲洗、晾干、备用。

6 样品制备

按 GB/T 19494.2 或 GB/T 474 制备成所需空气干燥煤样,置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥至恒重。

7 分析步骤

7.1 试料

称取样品 0.05 g~0.10 g(准确至 0.1 mg)。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 样品处理

7.3.1 将试料置于高温压力密封消解罐(5.2)中,加入 1 mL 硝酸(4.1),用温控电热板(5.4)在 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热 15 min,冷却。加入 8 mL 硝酸(4.1),2 mL 过氧化氢(4.3),约 2 mL 氢氟酸(4.2)或四氟硼酸(4.8),摇匀,将密封消解罐置于微波炉所带的外套,拧紧,放入微波炉(5.2)中进行微波消解。

7.3.2 将微波消解罐取出,冷却至室温,打开消解罐,消解后的澄清溶液直接转移至 100 mL 塑料容量瓶中,用水洗消解罐 3 次~5 次,清洗液并入容量瓶,加入过硫酸钠(4.9)1 mL,室温下放置 30 min,待充分氧化后,加入 0.1 g 硼酸(4.5),再加入 1 mL 铟内标(4.17),用水稀释至刻度,用做测试液。

注:若消解后的溶液混浊不澄清,可补加 1 mL~2 mL 硝酸(4.1)和 0.5 mL 氢氟酸(4.2)或四氟硼酸(4.8)于消解罐中,参考附录 B 程序,消解时间减半,再重复消解一次。可得到澄清透明试液。若消解样品前加四氟硼酸(4.8),消解后的溶液在加过硫酸钠(4.9)时,不用加硼酸。

7.4 标准溶液工作曲线配制

按表 1 配制混合离子标准溶液系列。溶液介质为(2+98)硝酸,并按 7.3.2 加入过硫酸钠(4.9),放置氧化后定容。

表 1 混合离子标准溶液浓度

单位为微克每升

元素	As	Br	I	In(内标)
标 0	0	0	0	10
标 1	15	30	15	10
标 2	30	60	30	10
标 3	100	200	100	10

7.5 测定

按仪器操作规程或参照附录 A 中表 A.1 进行仪器条件参数的优化,选取测定元素的同位素。待仪器稳定后,将标准系列液(7.4)、试剂空白液(7.2)、分析试液(7.3.2)和上机进行测定。若测定结果超出校准曲线的浓度范围,应将试液稀释。每个溶液测定间隔中,可视实际情况用清洗液(4.19)和水依次泵蠕动抽吸洗涤 20 s~30 s。

8 结果计算

所测元素含量结果按式(1)计算:

$$C = \frac{(C_i - C_0) \times V}{1\,000\,m} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- C —— 分析试样中的被测元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 - C_i —— 试液中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);
 - C₀ —— 试剂空白液中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);
 - V —— 试液体积,单位为毫升(mL);
 - m —— 试料质量,单位为克(g);
 - 1 000 —— 由 μg/L 转换为 μg/mL 的量纲倍数。

9 精密度

标准方法精密度见表 2。

表 2 方法的精密度

单位为毫克每千克

测定元素	水平	重复性 r	再现性 R
As	40	4.4	9.0
Br	55	7.0	9.0
I	8	0.7	2.0

附录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

仪器测定工作条件参见表 A.1。

表 A.1 仪器测定工作条件(测定前的优化)

项目	测定参数	项目	测定参数
功率/W	1 250~1 350	辅助气流量(Ar)/(L/min)	0.65~0.8
冷却气流量(Ar)/(L/min)	13.6	雾化气流量(Ar)/(L/min)	0.60~0.8
进样速度/(mL/min)	0.7~1.2	采样锥孔径/mm	1.0
火炬焰位置(X/Y/Z)/cm	370/164/163	截取锥孔径/mm	0.7
四杆区 真空度/Pa	6.1×10^{-2}	单峰测定 时间/s	3.0
检测器区 真空度/Pa	5.8×10^{-4}	检测器	PC(脉冲)
质谱峰检测方式	跳峰,3/mass	同位素选择	^{75}As 、 ^{52}Cr 、 ^{53}Cr 、 ^{111}Cd 、 ^{114}Cd 、 ^{200}Hg

以 ^9Be 、 ^{59}Co 、 ^{115}In 、 ^{140}Ce 、 ^{238}U 、 ^{209}Bi 混合标液(均为 $10\text{ }\mu\text{g/L}$)进行仪器校正操作,最佳优化试验后,使 ^{115}In 每秒记数(CPS) $>30\times 10^6\text{ CPS}/(\mu\text{g}\cdot\text{L})$,具体参数见表 A.2。

表 A.2 仪器参数条件的优化(不定期的校正)

测定元素	^9Be	^{59}Co	^{115}In	^{209}Bi	^{238}U
短期稳定性(2 h)/%	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
长期稳定性(4 h)/%	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
背景计数/CPS	<30				

附 录 B
(资料性附录)
微波消解炉工作条件

微波消解炉工作条件见表 B.1。

表 B.1 微波消解炉工作条件

步骤	时间 min	温度 ℃
升温 1	5	120
升温 2	10	160
恒温 3	10	190
降温 4		0

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
煤或焦炭中砷、溴、碘的测定
电感耦合等离子体质谱法

SN/T 2263—2017

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)68533533

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 14 千字
2018年7月第一版 2018年7月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-33455 定价 16.00 元



SN/T 2263-2017