



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3594—2013

---

## 含铝废料 铁、铜、钙、镁、锰、锌、钛、 铬、镍、钒和镉的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Aluminum waste—Determination of ferrum, copper, calcium, magnesium, manganese, zinc, titanium, chromium, nickel, vanadium and cadmium—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2013-08-30 发布

2014-03-01 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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：中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王飞、李学民、母健、刘芳、张静、张研妍。

# 含铝废料 铁、铜、钙、镁、锰、锌、钛、 铬、镍、钒和镉的测定 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测定铝废料中铁、铜、钙、镁、锰、锌、钛、铬、镍、钒和镉含量的方法。

本标准适用于铝废料中铁、铜、钙、镁、锰、锌、钛、铬、镍、钒和镉元素含量的测定。各元素测定范围见表1。

表1 元素测定范围

元素	铁	铜	钙	镁	锰	锌	钛	铬	镍	钒	镉
质量分数/%	0.003 ~2	0.008 ~2	0.01 ~2	0.006 ~2	0.005 ~2	0.02 ~2	0.003 ~2	0.003 ~2	0.004 ~2	0.002 ~5	0.005 ~2

## 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 分析实验室用水规格和试验方法

SN/T 1791.9—2006 进口可用作原料的废物检验检疫规程 第9部分:废有色金属

## 3 方法提要

熔融用测定试样经清理、熔融、铸锭、取样后,分别缩分成具有代表性的锭和灰渣样品。二种样品分别经消解、定容后,消解液由载气带入等离子体,以各待测元素相应波长的强度,在标准曲线上确定其含量。

## 4 试剂材料

除另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 硝酸( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )。

4.2 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。

4.3 硫酸( $\rho=1.8\text{ g/mL}$ )。

4.4 氢氟酸:30%。

- 4.5 过氧化氢:30%。
- 4.6 氢氧化钠。
- 4.7 高纯铝:99.999%。
- 4.8 焦硫酸钾。
- 4.9 混合酸:硝酸(4.1)+盐酸(4.2)(1+3)。
- 4.10 盐酸溶液:盐酸(4.2)(1+3)
- 4.11 20%氢氧化钠溶液:20 g 氢氧化钠(4.6)溶解于 100 mL 水中,静置过夜后,取中间清亮液体。
- 4.12 10%硝酸溶液:取 75 mL 硝酸(4.1)用水稀释至 500 mL。
- 4.13 铝基质溶液(酸溶方法):称取 0.8 g 高纯铝(4.7)于 200 mL 烧杯中,加入适量混合酸(4.9)溶解,冷却,用 10%硝酸溶液(4.12)稀释、定容至 100 mL。每 100 mL 该溶液中含有铝 0.8 g。
- 4.14 铝基质溶液(碱溶方法):称取 0.8 g 高纯铝(4.7)于 200 mL 烧杯中,滴加适量 20%氢氧化钠溶液至溶解,滴加硝酸(4.1)至沉淀溶解,用 10%硝酸溶液(4.12)定容至 100 mL。每 100 mL 该溶液中含有铝 0.8 g。
- 4.15 单元素标准储备溶液:按 GB/T 602 方法配制或使用标准物质配制铁、铜、钙、镁、锰、锌、钛、铬、镍、钒和镉元素标准溶液。配制成的铁、铜、钙、镁、锰、锌、钛、铬、镍、钒和镉元素的单元素标准储备溶液浓度均应为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.16 混合标准储备液:分别准确吸取 10 mL 各单元素标准储备溶液(4.15),以 10%硝酸溶液(4.12)定容于 200 mL 容量瓶中。该混合标准储备液中各元素的浓度为 50  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.17 混合标准工作液:准确吸取 20 mL 混合标准储备液(4.16),以 10%硝酸溶液(4.12)定容于 100 mL 容量瓶中。该混合标准工作液中各元素的浓度为 10  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.18 混合标准系列基质工作液:分别准确吸取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、20.0 mL 混合标准工作液(4.17)于各 100 mL 容量瓶中,分别加入 50 mL 基质溶液[(4.13)或(4.14)],混匀,均以 10%硝酸(4.12)定容。该混合标准系列基质工作液中各元素的浓度为 0.0  $\mu\text{g/mL}$ 、0.1  $\mu\text{g/mL}$ 、0.2  $\mu\text{g/mL}$ 、0.5  $\mu\text{g/mL}$ 、2.0  $\mu\text{g/mL}$ 。在该混合标准系列基质工作液中,每 100 mL 溶液中含有铝 0.4 g。即用即配。

## 5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 5.2 天平:感量 0.000 1 g。
- 5.3 天平:感量 0.01 g。
- 5.4 台秤:感量 20 g

## 6 试样制备与保存

### 6.1 试样的制备

按照 SN/T 1791.9—2006 附录 A 火法熔融取制样及金属含量测定方法,制成供火法熔融用测定试样约 40 kg~100 kg。

将清理过各类杂物并适当切割的供熔融用测定试样称量,置于 40 kg~100 kg 容量的无污染的石墨坩埚内,于适当温度条件下熔融。将熔融后的金属倒入铸模中,铸成金属锭并称量。用直径不小于

12.5 mm 的钻头,选择钻速 200 r/min 左右的钻床,从每个锭中钻五个均布通孔。收集全部钻屑混合均匀并适当粉碎,从中缩分出供分析锭中元素含量的样品;收集熔融过程中产生的灰渣(包括粘附在石墨坩埚壁上的残留金属渣)并称量,将称重后的灰渣尽可能的粉碎,从中缩分出供分析灰渣中元素含量的样品。

## 6.2 试样的保存

将锭和灰渣样品于密闭器皿中常温下分别保存。

## 7 分析步骤

### 7.1 锭样品酸消解方法

#### 7.1.1 锭样品空白试验

用高纯铝(4.7)视同试样,其他步骤按照 7.1.2 步骤进行空白试验。

#### 7.1.2 锭样品酸消解方法

准确称取锭样品约 0.4 g(精确至 0.000 1 g)于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,先用适量水湿润试样后,缓慢滴加混合酸(4.9)至基本无气泡产生,再加混合酸(4.9)至总量约 10 mL,低温加热至溶液澄清透明。如有絮状物,滴加几滴氢氟酸至絮状物消失后,加热去除残余氢氟酸。用 10%硝酸溶液(4.12)定容试样溶液至 100 mL。

### 7.2 锭样品碱消解方法

#### 7.2.1 锭样品空白试验

用高纯铝(4.7)视同试样,其他步骤按照 7.2.2 步骤进行空白试验。

#### 7.2.2 锭样品碱消解方法

准确称取锭样品约 0.4 g(精确至 0.000 1 g)于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,先用适量水湿润试样后,缓慢滴加 20%氢氧化钠溶液(4.11),保持反应有微量气泡产生,并不断补充氢氧化钠溶液至基本无气泡产生,低温加热使溶液至澄清透明。再滴加硝酸(4.1)至溶液澄清透明。如有絮状物,滴加几滴氢氟酸至絮状物消失,加热驱赶残余氢氟酸。用 10%硝酸溶液(4.12)定容试样溶液至 100 mL。

### 7.3 灰渣样品消解方法

#### 7.3.1 空白试验

用高纯铝(4.7)视同试样,其他步骤按照 7.3.2 步骤进行空白试验。

#### 7.3.2 灰渣样品消解方法

准确称取灰渣样品约 0.4 g(精确至 0.000 1 g)于 200 mL 玻璃烧杯中,先加约 5 mL 适量水湿润试样,缓慢滴加硫酸(4.3)约 5 mL~10 mL,基本无气泡产生,加热至溶液冒白烟;滴加约 5 mL~10 mL 混合酸(4.9),继续加热至冒烟;冷却后用水移于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中,滴加氢氟酸(4.4)至无气泡产生,加热驱赶残余氢氟酸;滴加适量过氧化氢(4.5)溶液至溶液变为清亮。用 10%硝酸溶液(4.12)

SN/T 3594—2013

定容。

如滴加过氧化氢后的溶液仍有明显沉淀物,可用滤纸过滤;滤渣与滤纸在坩埚中加入约 5 g 焦硫酸钾(4.8),于电炉上加热,保持冒白烟约 10 min~20 min,缓慢冷却后,加入约 10 mL 盐酸溶液(4.10),加热至溶液澄清透明后,合并于滤液中,用 10%硝酸溶液(4.12)定容至 100 mL。

#### 7.4 测定

调整电感耦合等离子体原子发射光谱仪至最佳状态,选择适合的波长,依次测定混合标准系列基质工作液(4.18)、空白试验和试样溶液。用混合标准系列基质工作液(4.18)中待测元素波长的强度与含量的对应关系,建立标准曲线。当工作曲线的线性关系  $r \geq 0.999$  时,测试样液。如试样溶液待测元素测定结果超出标准曲线的线性范围,将试样溶液稀释至适当浓度后再进行测定。

电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定参数参见附录 A 中的表 A.1,11 种元素的波长参见附录 B 中的表 B.1。

#### 7.5 结果计算和表述

锭或灰渣样品中待测元素含量以质量分数  $X_i$  计,数值以%表示。按式(1)计算:

$$X_i = (c - c_0) \times \frac{V}{m} \times f \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$  ——锭或灰渣样品中待测元素含量,以质量分数(%)表示;

$c$  ——从标准工作曲线得到的样液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$c_0$  ——从标准工作曲线得到的空白试验溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试样溶液所代表锭或灰渣样品的质量,单位为克(g);

$f$  ——稀释倍数。

结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

熔融用测定试样中各待测元素含量以质量分数  $X$  计,数值以%表示。按式(2)计算:

$$X = \frac{(X_1 \times m_1 + X_2 \times m_2)}{m_p} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$  ——熔融用测定试样中各待测元素含量,以质量分数(%)表示;

$X_1$  ——锭样品中的待测元素含量,以质量分数(%)表示;

$m_1$  ——锭的质量,单位为千克(kg);

$X_2$  ——灰渣样品中的待测元素含量,以质量分数(%)表示;

$m_2$  ——灰渣的质量,单位为千克(kg);

$m_p$  ——熔融用测定试样的质量,单位为千克(kg)。

### 8 精密度

样品的熔融用测定试样中各待测元素测定数据统计后,重复性和再现性结果见表 2。



表 2 精密度

元素	水平范围/%(质量分数)	重复性 $r$	再现性 $R$
铁	0.130 3~0.573 4	$r=0.212\ 0m+0.001\ 1$	$R=0.212\ 7m-0.001\ 9$
铜	0.000~0.438 8	$r=0.176\ 0m+0.003\ 5$	$R=0.211\ 9m+0.000\ 1$
钙	0.186 2~0.669 7	$r=0.104\ 3m+0.003\ 4$	$R=0.156\ 5m-0.013\ 7$
镁	0.001 4~0.449 9	$r=0.192\ 3m+0.003\ 1$	$R=0.213\ 5m-0.000\ 8$
锰	0.017~0.986	$r=0.151\ 7m-0.006\ 9$	$R=0.138\ 4m-0.000\ 3$
锌	0.014 7~1.004 7	$r=0.189\ 9m-0.002\ 9$	$R=0.161\ 5m-0.000\ 2$
钛	0.098 3~0.545 3	$r=0.151\ 7m+0.007\ 0$	$R=0.146\ 3m+0.006\ 6$
铬	0.012~0.972	$r=0.203\ 8m+0.001\ 8$	$R=0.199\ 2m-0.000\ 7$
镍	0.003 8~0.445 0	$r=0.240\ 2m-0.003\ 3$	$R=0.211\ 3m-0.002\ 8$
钒	0.014 2~0.452 2	$r=0.199\ 4m+0.029\ 0$	$R=0.221\ 4m+0.023\ 1$
镉	0.009~0.951	$r=0.170\ 4m+0.000\ 5$	$R=0.241\ 5m-0.000\ 7$
注： $m$ 为两次测定结果的平均值。			

SN/T 3594—2013

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器的参考工作条件

表 A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪参考工作条件

仪器参数名称	工 作 条 件
高频发射功率	1 400 W
冷却氩气流量	0.8 L/min
辅助氩气流量	0.2 L/min
等离子气体流量	15.0 L/min
雾化器气体流量	0.8 L/min
样液提升量为	1.50 mL/min
雾化器压力	110.0 kPa
蠕动速度	100 r/min
积分时间	长波 5 s
积分时间	短波 10 s
积分次数	3 次
冲洗时间	30 s



**附 录 B**  
**(资料性附录)**  
**11 种元素的参考波长**

**表 B.1 11 种元素的波长表**

元素	波长数量	波长/nm
铁	3	238.204,239.562,259.939
铜	2	324.752,327.393
钙	1	393.366
镁	2	279.553,280.271
锰	2	257.610,259.373
锌	2	213.857,202.548
钛	2	337.280,336.121
铬	2	283.563,284.325
镍	2	231.604,232.003
钒	2	311.071,292.402
镉	2	226.502,228.802

---