



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3796—2014

滑石粉中酸溶杂质元素(铅、镉、铬、砷、 汞、铜、锌、锰、镍、钴)的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of acid soluble impurity elements (lead, cadmium, chromium, arsenic, mercury, copper, zinc, manganese, nickel, cobalt) in talc powder—
Inductively coupled plasma mass spectrometry method (ICP-MS)

2014-01-13 发布

2014-08-01 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。

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：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：胡晓静、庞艳华、盛向军、李百舸、任玉伟、富瑶、王琦、曾泽。

滑石粉中酸溶杂质元素(铅、镉、铬、砷、汞、铜、锌、锰、镍、钴)的测定
电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了滑石粉中酸溶杂质元素(铅、镉、铬、砷、汞、铜、锌、锰、镍、钴)的电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定方法。

本标准适用于滑石粉中酸溶杂质元素(铅、镉、铬、砷、汞、铜、锌、锰、镍、钴)的测定。测定范围见表 1。

表 1 本标准各元素的测定范围 单位为毫克每千克

元素	测定范围	元素	测定范围
Cr	0.71~1.59	Mn	13.99~89.03
Co	0.013~3.29	Ni	2.12~7.53
Cu	1.33~3.01	Zn	10.1~77.3
As	0.10~0.39	Cd	0.051~0.38
Hg	0.006~0.018	Pb	1.38~4.20

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

SN/T 0830 出口袋装滑石粉取样、制样方法

3 方法提要

试样采用硝酸进行微波消解,待测溶液经水稀释后直接引入电感耦合等离子体质谱仪,测定各元素同位素的质谱信号强度,在线加入锗、铟和铋为内标元素,用于校正仪器灵敏度漂移和基体效应。

4 试剂

除非另有规定,在分析中所用的试剂均为优级纯,试验用水应使用 GB/T 6682 中规定的一级水或电导率大于等于 18.2 MΩ/cm 的超纯水。

- 4.1 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 4.2 硝酸溶液(1+5):取 50 mL 硝酸(4.1)加入 250 mL 超纯水。
- 4.3 硝酸溶液(1+19):取 50 mL 硝酸(4.1)加入 950 mL 超纯水。
- 4.4 铅、镉、铬、砷、铜、锌、锰、镍、钴、汞单元素标准储备溶液($1\ 000\ \mu\text{g/mL}$):按 GB/T 602 规定制备或直接使用有证书标准溶液。
- 4.5 铅、镉、铬、砷、铜、镍、钴混合标准溶液($500\ \mu\text{g/L}$):准确移取 0.5 mL 铅、镉、铬、砷、铜、镍、钴标准储备溶液(4.4)于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,混匀。
- 4.6 锌、锰混合标准溶液($1\ 000\ \mu\text{g/L}$):准确移取 1.0 mL 锌、锰标准储备溶液(4.4)于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,混匀。
- 4.7 汞标准溶液 A($10\ \mu\text{g/mL}$):准确移取 1.0 mL 汞标准储备溶液(4.4)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,混匀。
- 4.8 汞标准溶液 B($50\ \mu\text{g/L}$):准确移取 0.5 mL 汞标准溶液(4.7)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀。
- 4.9 锆、铟、铋单元素内标储备溶液($100\ \mu\text{g/mL}$):按 GB/T 602 规定制备或直接使用有证书标准溶液。
- 4.10 锆、铟、铋混合内标溶液($1.0\ \mu\text{g/mL}$):准确移取 1.0 mL 内标储备液(4.9)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,混匀。
- 4.11 氧化镁基体溶液(体积分数为 1%):称取 1 g 高纯氧化镁于 100 mL 烧杯中,缓慢加入高纯硝酸(4.1)5 mL,水 5 mL,在电热板上微热至氧化镁溶解完全,冷却,稀释定容于 100 mL 容量瓶中。
- 4.12 高纯氩气:纯度大于 99.999%。

5 仪器

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪。
- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.3 微波消解装置。
- 5.4 聚四氟乙烯密封消解罐:100 mL。
- 5.5 本标准中所有玻璃器皿均应以硝酸溶液(4.2)浸泡 24 h,用纯水反复冲洗晾干后使用。

6 试样制备

按照 SN/T 0830 标准制备样品,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下对试样进行 2 h 预干燥,然后冷却至室温后置于干燥器中,备用。

7 分析步骤

7.1 试料

称取约 0.2 g 试料,精确至 0.1 mg。独立地进行至少两次测定。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 试料处理

将试料(7.1)置于聚四氟乙烯密封消解罐(5.4)中,加入 10 mL 硝酸(4.1),浸泡 30 min,将消解罐密

封后置于微波消解装置(5.3)中,参照附录 A 的程序进行消解。消解结束后,待微波消解罐冷却,将消解液转移至 50 mL 容量瓶中,用超纯水稀释至刻度,混匀,待测定。

7.4 工作曲线

分别移取 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、1.0 mL、2.0 mL、10.0 mL 铅、镉、铬、砷、铜、镍、钴混合标准溶液(4.5)和 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 锌、锰混合标准溶液(4.6)以及 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、1.0 mL、2.0 mL、10.0 mL 汞标准溶液(4.8)于 100 mL 容量瓶中,同时加入 2 mL 氧化镁基体溶液(4.11),使混合标准溶液中氧化镁基体溶液浓度为 0.2 mg/mL,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,此混合标准工作溶液中酸度为 2%,各元素浓度见表 2。在线加入内标(4.10),浓度由低到高进样检测,以信号计数-浓度作图,得到校准工作曲线。

注:如果待测样品溶液中氧化镁含量小于 0.15 mg/mL,校准曲线溶液中可以不加氧化镁基体溶液。

表 2 混合标准工作溶液中各元素浓度 单位为微克每升

元素	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6
Cr	0.0	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
Mn	0.0	5.0	10.0	50.0	100.0	150.0
Co	0.0	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
Ni	0.0	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
Cu	0.0	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
Zn	0.0	5.0	10.0	50.0	100.0	150.0
As	0.0	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
Cd	0.0	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
Hg	0.0	0.05	0.10	0.5	1.0	5.0
Pb	0.0	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
注:可根据样品中杂质的实际含量确定标准系列中各金属元素的具体浓度。						

7.5 测定

参照附录 B 中表 B.1 调整仪器工作条件,优化后应满足表 B.2 的测量参数,参照表 B.3 选取适当的内标元素。待仪器稳定后,按顺序依次对混合标准溶液系列、空白溶液和试样溶液进行测定。从校准曲线上计算出各待测元素的含量,若测定结果超出标准曲线的线性范围,应将测试液用硝酸溶液(4.3)适当稀释后再测定。

8 结果计算

按式(1)计算待测元素的含量,以质量分数表示:

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{1\,000 \times m}$$

.....(1)

式中:

- X_i ——试样中待测元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_i ——测试溶液中待测元素的浓度,单位为微克每升(μg/L);

SN/T 3796—2014

c_0 ——试剂空白液中待测元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——测试溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果取两次测定结果的平均值,并按数字修约规则保留两位有效数字。

9 精密度

由 8 个实验室对 4 个水平的试样进行方法精密度试验,按 GB/T 6379.2 计算重复性限 r 和再现性限 R ,结果见表 3。

表 3 方法的精密度			单位为毫克每千克
元素	水平范围(质量分数)	重复性限 r_j	再现性限 R_j
Pb	1.84~3.72	$r=0.029\ 3\ m+0.160$	$R=0.083\ 6\ m+0.455$
Cd	0.06~0.31	$r=0.020$	$R=0.384\ m-0.002$
Cr	0.98~1.65	$r=0.16$	$R=0.230\ m+0.186$
As	0.15~0.31	$r=0.086\ 7\ m+0.003\ 68$	$R=0.200\ m+0.060$
Hg	0.007~0.014	$r=0.002$	$R=0.274\ m+0.002\ 4$
Cu	1.86~2.51	$r=0.25$	$R=0.72$
Zn	10.9~76.7	$r=0.33$	$R=0.002\ 75\ m+0.806$
Ni	2.72~6.82	$r=0.28$	$R=0.78$
Mn	14.9~88.0	$r=0.63$	$R=1.52$
Co	0.02~3.00	$r=0.077\ 2\ m-0.008\ 6$	$R=0.218\ m+0.027$

附 录 A
(资料性附录)
微波消解仪工作条件

微波消解工作程序如表 A.1 所示。

表 A.1 微波消解温度控制程序

步骤	时间/min	温度/℃
1	3	140
2	5	190
3	10	220
4	20	230

SN/T 3796—2014

附录 B
(资料性附录)
仪器工作条件

ICP-MS 仪器工作条件见表 B.1。

表 B.1 ICP-MS 仪器工作条件

项 目	参 数
射频功率	1 300 W
反射功率	2 W
取样锥/截取锥	1.0/0.4 mm(Ni)锥
采样深度	6.8 mm
雾化室温度	2 ℃
冷却气流量	16.0 L/min
载气流速	0.85 L/min
辅助气流速	0.15 L/min
样品提升率	1.1 mL/min
样品提升时间	45 s
稳定时间	45 s
扫描方式	跳峰
观测点/峰	3

ICP-MS 仪器测量参数见表 B.2。

表 B.2 ICP-MS 仪器测量参数

	⁷ Li	⁸⁹ Y	²⁰⁵ Tl
轴偏移(amu)	7±0.1	89±0.1	205±0.1
分辨率(W-10%)	0.65~0.80	0.65~0.80	0.65~0.80
精密度(RSD)	<15%	<15%	<15%
背景(cps)	30	15	15
氧化物比值	¹⁵⁶ CeO/ ¹⁴⁰ Ce : <1.0%		
双电荷比值	⁷⁰ Ce ⁺⁺ / ¹⁴⁰ Ce ⁺ : <3.0%		

非商业性声明:表 B.1 和表 B.2 所列工作条件和测量参数是在 HP7500 电感耦合等离子体质谱仪上完成的,此处所列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不同厂家和型号的仪器。

分析用同位素及内标元素选择见表 B.3。

表 B.3 同位素及内标元素选择

元素	质量数	内标元素
Cr	53	Ge
Mn	55	Ge
Co	59	Ge
Cu	63	Ge
Ni	60	Ge
Zn	66	Ge
As	75	Ge
Cd	111	In
Hg	202	Bi
Pb	208	Bi
