



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4305—2015

出口三氧化二锑中铅、铁、铜、砷、硒、 铋、镉、汞含量的测定 电感耦合等离子 体原子发射光谱法

Determination of lead, iron, copper, arsenic, selenium, bismuth,
cadmium and mercury in export antimony trioxide—Inductively
coupled plasma atomic emission spectrometry

2015-09-02 发布

2016-04-01 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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邹学权、鲁丹、张文华、戴骐、林晓娜、傅飞霞、楼士铭。

出口三氧化二锑中铅、铁、铜、砷、硒、
铋、镉、汞含量的测定 电感耦合等离子
体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了出口三氧化二锑中铅、铁、铜、砷、硒、铋、镉、汞含量的电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法。

本标准适用于三氧化二锑中铅、铁、铜、砷、硒、铋、镉、汞含量的测定，各元素的测定范围见表 1。

表 1 各元素的测定范围

元 素	测定范围(质量分数)/%	元 素	测定范围(质量分数)/%
铅	0.000 5~1.0	硒	0.001~1.0
铁	0.000 5~0.5	铋	0.001~0.5
铜	0.000 5~0.5	镉	0.000 5~0.5
砷	0.001~1.0	汞	0.000 5~0.1

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 4062—2013 三氧化二锑

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

试样经盐酸与硝酸混合酸室温溶解后用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在相应分析波长下测定铅、铁、铜、砷、硒、铋、镉、汞的发射强度，对照标准工作曲线确定各元素的浓度并计算出试样中各元素含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，仅使用优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 高纯三氧化二锑(99.99%)。
- 4.2 硝酸($\rho=1.40\text{ g/mL}$)。
- 4.3 盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$)。
- 4.4 硝酸盐酸混合酸(1+4):由硝酸(4.2)与盐酸(4.3)按体积 1:4 比例混合。
- 4.5 铅、铁、铜、砷、硒、铋、镉、汞标准溶液:直接使用有标准物质证书的有效期内的元素标准溶液，标准

溶液浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.6 铅、铁、铜、砷、硒、铋、镉、汞混合标准储备液(100 $\mu\text{g/mL}$):分别吸取铅、铁、铜、砷、硒、铋、镉、汞标准溶液(4.5)各 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸盐酸混合酸(4.4)稀释并定容至刻度,摇匀。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪,仪器的工作条件参见附录 A。校准曲线的线性相关系数应大于 0.995。

5.2 分析天平:感应量为 0.1 mg。

6 试样制备

按照 GB/T 4062—2013 取样与制备分析用样品。

7 分析步骤

7.1 样品处理

准确称取 0.5 g 样品(精确到 0.1 mg),放入 100 mL 玻璃烧杯中,加 25 mL 硝酸盐酸混合酸(4.4),轻轻摇动使样品溶解,待样品溶解完毕后移入 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

7.2 空白实验

除不加入待测样品外,其他均按 7.1 步骤规定的样品消解方式进行空白试验。

7.3 测定

平行称取 6 份各 0.5 g 高纯三氧化二锑(4.1),按 7.1 方法溶解并转移至 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.0 mL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 铅、铁、铜、砷、硒、铋、镉、汞混合标准储备液(4.6),用水定容至刻度,配制成各元素浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液。参见附录 A 设置仪器工作条件,待仪器状态稳定后,在相应波长下,按浓度由低到高的顺序测定系列标准溶液中各待测元素的光谱强度。以光谱强度为纵坐标,元素浓度为横坐标,绘制工作曲线。

测定空白溶液和样品溶液中各待测元素的光谱强度,从工作曲线上计算出各待测元素的浓度。

8 结果计算

样品中各元素的含量,按式(1)进行计算:

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

式中:

X_i ——样品中各元素 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——样品中各元素 i 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——空白样品溶液中各元素 i 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——定容体积,单位为毫升(mL);

f ——消解溶液稀释倍数;

m ——样品质量,单位为克(g);
1 000——由 μg 转换为 mg 或由 g 转换为 kg 的量纲倍数。
结果保留三位有效数字。

9 精密度

由 8 家实验室对 3 个加标水平的试样进行测定,结果见表 2。

表 2 方法的精密度

元素	添加水平/(mg/kg)	r	R
铅	100	2.9	5.8
	200	6.5	8.0
	300	4.5	7.7
铁	5.0	6.1	8.9
	7.5	4.6	7.3
	10	5.5	9.1
铜	5.0	5.8	7.8
	7.5	4.1	5.9
	10	4.7	10.3
砷	100	5.7	9.8
	200	8.4	10
	300	5.0	7.9
硒	10	6.2	8.3
	15	5.3	7.9
	20	6.6	8.7
铋	10	5.1	7.6
	15	7.3	9.5
	20	5.6	8.7
镉	5.0	5.1	7.2
	7.5	5.8	8.5
	10	6.2	8.9
汞	5.0	6.6	7.8
	7.5	5.3	8.2
	10	4.4	7.9

附 录 A¹⁾
(资料性附录)
仪器参考工作条件

仪器参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 仪器参考工作条件

项 目	参 数	设 定 值
仪器工作条件	功率/kW	1.2
	等离子体流量/(L/min)	15
	辅助气流量/(L/min)	1.5
	雾化气流量/(L/min)	0.55
	观察高度/mm	10
	一次读数时间/s	8.00
	稳定延时/s	15
	进样延时/s	25
	清洗时间/s	20
分析线波长	铅/nm	220.353
	铁/nm	238.204
	铜/nm	223.009
	砷 /nm	188.980
	硒/nm	196.026
	铋/nm	223.061
	镉/nm	226.502
	汞/nm	184.887

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在 VARIAN 725-ES 上完成,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不同厂家和型号的仪器。