



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3595—2013

---

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

Zinc waste—Determination of ferrum, aluminum, calcium, magnesium, manganese, copper, 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。

含锌废料 铁、铝、钙、镁、锰、铜、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锌废料中铁、铝、钙、镁、锰、铜、钛、铬、镍、钒和镉的方法。

本标准适用于锌废料中铁、铝、钙、镁、锰、铜、钛、铬、镍、钒和镉的测定。各元素测定范围见表 1。

表 1 元素测定范围

元素	Fe	Al	Ca	Mg	Mn	Cu	Ti	Cr	Ni	V	Cd
质量分数 %	0.001 ~0.2	0.002 ~10.0	0.019 ~1.0	0.008 9 ~0.5	0.007 2 ~2.0	0.001 5 ~5.0	0.000 6 ~2.0	0.001 0 ~2.0	0.001 8 ~2.0	0.001 2 ~8.0	0.001 2 ~0.5

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( $\rho=1.18\text{ g/mL}$ )。
- 4.4 氢氟酸:40%。
- 4.5 过氧化氢:30%。

- 4.6 高纯锌:99.999%。
- 4.7 焦硫酸钾。
- 4.8 8%硝酸溶液:取硝酸(4.1)123 mL 用水稀释至 1 000 mL。
- 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 锌基质溶液:称取 0.8 g 高纯锌(4.6)于 200 mL 烧杯中,加入硝酸(4.1)溶解,用 8%硝酸溶液(4.8)稀释、定容于 100 mL 容量瓶中。每 100 mL 该溶液中含有锌 0.8 g。
- 4.12 单元素标准储备溶液:铁、铜、钙、镁、锰、铝、钛、铬、镍、钒和镉等 11 种元素标准溶液按 GB/T 602 方法配制或使用标准物质配制。配制成的铁、铝、钙、镁、锰、铜、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  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.13 混合标准储备液:分别准确吸取 10.0 mL 各单元素标准储备溶液(4.12),以 8%硝酸溶液(4.8)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 50.0  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.14 混合标准溶液工作液:准确吸取 20.0 mL 混合标准储备液(4.13),以 8%硝酸溶液(4.8)定容于 100 mL 容量瓶中。该混合标准溶液储备液中各元素的浓度为 10.0  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 4.15 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(4.14)于各 100 mL 容量瓶中,各加入 50.0 mL 基质溶液(4.11),均以 8%硝酸溶液(4.8)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 0.4 g 锌。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,将称量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 铈样品消解方法

#### 7.1.1 铈样品空白试验

用高纯铈(4.6)视同试样,其他步骤按照 7.2 步骤进行空白试验。

#### 7.1.2 铈样品消解方法

准确称取铈样品约 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,缓慢滴加硝酸(4.1),待基本无气泡产生时,继续滴加硝酸(4.1)至试样溶解,低温加热至溶液澄清透明。如有絮状物,滴加几滴氢氟酸(4.4)至絮状物消失,加热驱赶残余氢氟酸。用 8%硝酸溶液(4.8)定容至 100 mL。

### 7.2 灰渣样品消解方法

#### 7.2.1 空白试验

用高纯铈(4.6)视同试样,其他步骤按照 7.2.2 步骤进行空白试验。

#### 7.2.2 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 聚四氟乙烯烧杯中低温加热,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 8%硝酸溶液(4.8)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;残渣与滤纸在坩埚中加入约 5 g 焦硫酸钾(4.7),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 8%硝酸溶液(4.8)定容至 100 mL。

### 7.3 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(4.15)、空白试验和试样溶液。用混合标准系列基质工作液(4.15)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。

### 7.4 结果计算和表述

7.4.1 铈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:

$X_i$  ——铈或灰渣样品中待测元素含量,以质量分数(%)表示;

SN/T 3595—2013

- $c$  ——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( $\text{mL}$ );
- $m$  ——试样溶液所代表锭或灰渣样品的质量,单位为克( $\text{g}$ );
- $f$  ——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。

7.4.2 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:

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

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( $\text{kg}$ );
- $X_2$  ——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( $\text{kg}$ );
- $m_p$  ——熔融用测定试样的质量,单位为千克( $\text{kg}$ )。

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	再现性
铁	0.032 3~0.460 2	$r=0.128 6m+0.000 5$	$R=0.255 2m+0.001 4$
铝	0.631 1~1.149 8	$r=0.027 4m+0.323 5$	$R=0.042 0m+0.337 6$
钙	0.08~0.451 5	$r=0.207 6m+0.021 1$	$R=0.304 5m+0.013 8$
镁	0.006 4~0.449	$r=0.194 0m-0.005 5$	$R=0.197 2m-0.000 6$
锰	0.017 9~0.461 0	$r=0.317 m-0.013 6$	$R=0.248 5m-0.008 2$
铜	0.851 4~1.532 5	$r=0.063 3m+0.137 8$	$R=0.298 4m+0.468 2$
钛	0.000 3~0.445 6	$r=0.256 7m-0.007 7$	$R=0.285 0m-0.004 2$
铬	0.003 6~0.454 3	$r=0.321 7m-0.015 9$	$R=0.294 0m-0.005 8$
镍	0.005 3~0.437 9	$r=0.173 1m-0.001 7$	$R=0.233 4m-0.003 3$
钒	0.000 0~0.444 7	$r=0.249 6m+0.020 5$	$R=0.337 1m+0.013 0$
镉	0.005 7~0.448 3	$r=0.310 1m-0.010 1$	$R=0.256 6m-0.004 0$
注: $m$ 为两次测定结果的平均值。			



附 录 A  
(资料性附录)  
仪器的参考工作条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪参考工作条件见表 A.1。

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
等离子体气体流量	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)  
元素的参考波长

电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定 11 种元素的波长参见表 B. 1。

表 B. 1 11 种元素的测定波长表

元素	分析线数量	分析线波长/nm
铁	3	238.204,239.562,259.939
铜	2	324.752,327.393
钙	1	393.366
镁	2	279.533,280.271
锰	2	257.610,259.373
铝	2	394.401,396.152
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