SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1326—2003

进出口锌精矿中铝、砷、镉、钙、铜、镁、锰、铅的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法

Determination of aluminium, arsenic, cadmium, calcium, copper, magnesium, manganese, lead in zinc concentrates for import and export—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method (ICP-AES)

2003-08-18 发布　　2004-02-01 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

本标准的附录A和附录B是资料性附录。

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：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈建国、孙立群、郭有康。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口锌精矿中铝、砷、镉、钙、铜、镁、锰、铅的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法(简称 ICP-AES)测定进出口锌精矿中铝、砷、镉、钙、铜、镁、锰、铅的测定方法。

本标准适用于进出口锌精矿中铝、砷、镉、钙、铜、镁、锰、铅的测定。测定范围:0.005%～1.50%。

2 规范性引用标准

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修改版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

JJG 015 电感耦合等离子体原子发射光谱仪检定规程

3 方法提要

试样经盐酸和硝酸溶解并稀释定容至一定的体积后,试样溶液由载气带入等离子体,被激发的原子和离子发射出原子谱线和离子谱线,以各元素特征谱线的强度测定各元素的含量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

4.1 硝酸(ρ=1.42 g/mL)。

4.2 盐酸(ρ=1.19 g/mL)。

4.3 高纯锌(质量分数为 99.99%以上)。

4.4 高纯铁粉(质量分数为 99.99%以上)。

4.5 硝酸(1+3)。

4.6 硝酸(1+9)。

4.7 单元素标准贮备溶液:各元素标准溶液按 GB/T 602 方法配制或直接使用标准物质,其质量浓度均为 1 000 μg/mL。

4.8 锌基体溶液:称取 1 g±0.01 g 高纯锌(4.3)于 150 mL 烧杯中,加入硝酸(4.5)20 mL,加热溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用硝酸(4.6)稀释并定容至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 10 mg 锌。

4.9 铁基体溶液:称取 1 g±0.01 g 高纯铁粉(4.4)于 150 mL 烧杯中,同 4.8 方法配制,此溶液 1 mL 含 10 mg 铁。

4.10 混合标准溶液:移取各元素标准贮备溶液 20 mL(4.7)置于 250 mL 容量瓶中,用硝酸(4.6)稀释并定容至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 80 μg 各待测元素。

5 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

仪器应能提供稳定清澈的等离子体炬焰。仪器的稳定性应符合 JJG 015 规定。

各元素的分析波长及检出限参见附录 A。仪器的工作条件参见附录 B。校准曲线的线性相关系数应大于 0.999。

6 试样制备

试样需通过 149 μm(100 目)筛网，并在 105℃烘箱内烘 2 h 后置于干燥器内冷却至室温，备用。

7 分析步骤

7.1 称取约 0.2 g 试料，精确到 0.1 mg，置于 250 mL 烧杯中，用少量水湿润，加入 10 mL 盐酸(4.2)，室温放置约 30 min，加入 20 mL 硝酸(4.1)，缓慢加热至澄清，继续加热蒸至近干。加 5 mL 硝酸(4.1)赶盐酸，重复一次，冷却，以硝酸(4.6)溶解，移至 100 mL 容量瓶中，并以硝酸(4.6)定容至刻度，混匀。

7.2 移取 10 mL 锌溶液(4.8)和 2 mL 铁溶液(4.9)于烧杯中，随同试样做空白试验。

7.3 混合标准溶液系列由混合标准溶液(4.10)逐级稀释而成，介质为硝酸(4.6)，标准溶液系列浓度见表 1。

7.4 按顺序由低到高分别测定混合标准溶液系列中各元素的光谱强度，根据净光谱强度和所对应的元素浓度绘制校准曲线。采用单点法的仪器可视样品含量要求合理选择高、低标准。

7.5 分别测定空白溶液(7.2)和试样溶液中各被测元素的光谱强度，从校准曲线上计算出各被测元素的含量。

表 1 标准溶液系列

单位为微克每毫升

系列号	Al	As	Cd	Ca	Cu	Mg	Mn	Pb
1	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08	0.08
2	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
3	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80	0.80
4	1.60	1.60	1.60	1.60	1.60	1.60	1.60	1.60
5	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00
6	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00
7	32.0	32.0	32.0	32.0	32.0	32.0	32.0	32.0
注：可根据样品中杂质的实际含量确定标准系列中元素的具体浓度。								

8 结果计算

各待测杂质元素的含量以质量分数表示，按公式(1)计算：

$$w = \frac{(c_x - c_0) \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

w——样品中待测元素的含量，%；

c_x——从校准曲线上查得的试样溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

c_0——从校准曲线上查得的空白溶液中被测元素的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

m——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位有效数字。

9 精密度

方法的精密度见表 2。

表 2 精密度

元 素	水平值/%	重复性 r	再现性 R
Al	0.10	0.010	0.056
	0.25	0.024	0.068
As	0.022	0.002 4	0.025
	0.13	0.010	0.032
Cd	0.035	0.002	0.005 7
	0.31	0.045	0.053
Ca	0.44	0.031	0.059
	2.69	0.031	0.48
Cu	0.13	0.017	0.020
	0.36	0.026	0.031
Mg	0.16	0.017	0.036
	1.26	0.020	0.092
Mn	0.030	0.003 1	0.003 9
	0.40	0.031	0.039
Pb	0.30	0.034	0.059
	1.32	0.062	0.095

附 录 A
（资料性附录）
元素的波长及检出限

元素的分析波长及检出限见表 A.1。

表 A.1 元素的分析波长及检出限

元 素	波长/nm	检出限/(ng/mL)
Al	308.21	14.4
As	189.04	6.2
Ca	317.93	16.5
Cd	226.50	0.6
Cu	324.75	1.9
Mg	279.55	1.3
Mn	257.64	0.4
Pb	220.35	10.7

附 录 B
（资料性附录）
仪器的工作条件

仪器的工作条件见表 B.1。

表 B.1 仪器的工作条件

项 目	工作参数
光谱仪型号	BAIRD ICP-2000
入射功率/W	1 150
反射功率/W	<5
工作频率/MHz	40.68
观察高度/mm	10
冷却气流量/(L/min)	12
辅助气流量/(L/min)	1.0
载气流量/(L/min)	0.5
样品提升速率/(mL/min)	3.0
积分时间/s	5
积分次数	4