



中华人民共和国国家标准

GB/T 23834.7—XXXX

硫酸亚锡化学分析方法 第7部分： 铜、铅、砷、铁、锑、 钾、钠、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）

Chemical analysis method for stannous sulfate—Part 7: Determination of the contents of copper, lead, arsenic, iron, antimony, potassium, sodium, calcium and magnesium—Inductively coupled plasma optical emission spectrometry(ICP-OES)

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC 63）归口。

本文件起草单位：

本标准主要起草人：

硫酸亚锡化学分析方法 第7部分：铜、铅、 砷、铁、锑、钾、钠、钙、镁含量的测定 电感耦合等离子体发射 光谱法（ICP-OES）

警告——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗；本试验方法中使用高压氩气钢瓶，应按高压钢瓶安全操作规定操作；点燃等离子后，不应打开炬室门，防止高频辐射伤害身体；注意安全用电。

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）测定硫酸亚锡中的铜、铅、砷、铁、锑、钾、钠、钙及镁含量测定的试验方法。

本文件适用于硫酸亚锡中铅、铜、砷、铁、锑、钾、钠、钙及镁含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 4842 氩

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 一般规定

试验中所用杂质标准溶液、试剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5 原理

试样溶解后，试验溶液由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式引入等离子体，在高温和惰性气氛中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出所含元素的特征谱线，根据待测元素特征谱线强度与待测元素的质量浓度成正比关系，采用标准曲线法对待测元素进行定量。

6 试剂或材料

6.1 盐酸：优级纯及以上。

6.2 硝酸：1+1。

使用优级纯及以上试剂配制。

6.3 钾、钠、钙、镁、铁、铜、铅、锑、砷混合标准溶液 I：1 mL 溶液含钾（K）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、铁（Fe）、铜（Cu）、铅（Pb）、锑（Sb）、砷（As）分别为 0.1 mg。

分别移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制（或市售）的钾、钠、钙、镁、铁、铜、铅、锑、砷标准储备溶液（质量浓度分别为 1 mg/mL），置于 1 个 100 mL 容量瓶中，加 4 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

6.4 钾、钠、钙、镁、铁、铜、铅、锑、砷混合标准溶液 II：1 mL 溶液含钾（K）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、铁（Fe）、铜（Cu）、铅（Pb）、锑（Sb）、砷（As）分别为 0.01 mg。

移取 10.00 mL 钾、钠、钙、镁、铁、铜、铅、锑、砷混合标准溶液 I，置于 100 mL 容量瓶中，加 4 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

6.5 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水或一级水。

6.6 氩气：符合 GB/T 4842。

7 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

8 试验步骤

8.1 仪器参考条件

根据仪器的要求优化仪器工作条件。仪器参考条件见附录 A。

8.2 试验溶液的制备

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 100 mL 烧杯中，加入 4 mL 盐酸，试样溶解后全部转移至 100 mL 容量瓶中，加 4 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

同时制备空白试验溶液，加入 4 mL 盐酸，置于 100 mL 容量瓶中，加 4 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

8.3 标准曲线的绘制

8.3.1 标准系列溶液的制备

分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 钾、钠、钙、镁、铁、铜、铅、锑、砷混合标准溶液 II，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。标准系列溶液的浓度分别为 0 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.3 mg/L、0.5 mg/L。

注：根据试样中待测元素含量，可适当调整标准系列溶液中待测元素的质量浓度范围。

8.3.2 标准曲线的绘制

在仪器最佳的测定条件下，推荐的待测元素的分析谱线波长见表 1，按质量浓度由低至高的顺序对标准系列溶液中的铜、铅、砷、铁、锑、钾、钠、钙、镁进行测定，从每个标准溶液的发射光谱强度减去试剂空白溶液的发射光谱强度，分别以待测元素的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的发射光谱强度为纵坐标绘制标准曲线。

表 1

杂质元素	分析谱线波长/nm	杂质元素	分析谱线波长/nm
铜	327.396	钾	766.491
铅	220.353	钠	589.592
砷	193.696	钙	317.933
铁	239.924	镁	279.079
锑	217.581		

8.4 试验

在仪器最佳的测定条件下，推荐的待测元素分析谱线波长见表1，对试验溶液和空白试验溶液进行测定，根据所测试验溶液中各待测元素的发射光谱强度，从标准曲线上查得各待测元素的质量浓度（mg/L）。

9 试验数据处理

待测元素含量以质量分数w计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \cdots \cdots (1)$$

式中：

- ρ ——由标准曲线上查得试验溶液中杂质元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；
 - ρ_0 ——由标准曲线上查得空白试验溶液中杂质元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；
 - m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。
- 取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的相对偏差不大于20 %。

附录 A
(资料性)

电感耦合等离子体发射光谱法仪器工作条件

电感耦合等离子体发射光谱法仪器工作条件见表A.1。

表A. 1

调频功率/kW	观测高度/mm	载气流量/ (L/min)	等离子气流量/ (L/min)	进样量/ (mL/min)	单次读数时间/s
1.4	15	0.7	12	1~2	3~20
注：观测高度是针对垂直炬管径向观测ICP-OES的工作参数。					