

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 715.2—2009

### 二氧化硒化学分析方法 第2部分：砷、镉、铁、汞、铅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of selenium dioxide—  
Part 2: Determination of arsenic, cadmium, iron, mercury, lead contents—  
Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

# 前 言

YS/T 715《二氧化硒化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：二氧化硒量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 2 部分：砷、镉、铁、汞、铅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：氯量的测定 氯化银浊度法；
- 第 4 部分：灼烧残渣的测定 重量法；
- 第 5 部分：水不溶物含量的测定 重量法。

本部分为 YS/T 715 的第 2 部分。

本部分附录 A、附录 B 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分参加起草单位：江西铜业集团有限公司、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人：李琴美、姜丽红、邵从和、陈慧汶、罗素华、刘天平、汪雪萍、戴凤英。

二氧化硒化学分析方法  
第2部分：砷、镉、铁、汞、铅量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

YS/T 715 的本部分规定了二氧化硒中砷、镉、铁、汞、铅量的测定方法。  
本部分适用于二氧化硒(96.00%~99.99%)中砷、镉、铁、汞、铅的测定,测定范围见表1:

表1 测定范围

元 素	As	Cd	Fe	Hg	Pb
含量/%	0.001 0~0.003 0	0.001 0~0.005 0	0.000 5~0.003 0	0.000 5~0.005 0	0.001 0~0.005 0

2 方法提要

试料用稀硝酸溶解,在稀硝酸介质中,利用电感耦合等离子体发射光谱仪,测定二氧化硒中砷、镉、铁、汞、铅元素含量。

3 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去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL),优级纯。
- 3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL),优级纯。
- 3.3 硝酸(1+1)。
- 3.4 硝酸(1+9)。
- 3.5 混合酸:盐酸+硝酸(3+1)。
- 3.6 砷标准贮存溶液:(100  $\mu$ g/mL)称取 0.330 0 g 三氧化二砷(质量分数不小于 99.9%)于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),搅拌使其溶解后,加 20 mL 水,2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L)以硝酸(3.3)中和至红色刚消失,再过量 2 mL,用硝酸(3.4)移入 250 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。
- 3.7 镉标准贮存溶液:(100  $\mu$ g/mL)分别称取 0.100 0 g 金属镉(质量分数不小于 99.99%)于一组 100 mL 烧杯中,分别加入 30 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,分别移入一组 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 3.8 铅标准贮存溶液:(100  $\mu$ g/mL)分别称取 0.100 0 g 金属铅(质量分数不小于 99.99%)于一组 100 mL 烧杯中,分别加入 30 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,分别移入一组 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 3.9 铁标准贮存溶液:(100  $\mu$ g/mL)称取 0.100 0 g 金属铁(质量分数不小于 99.99%)于一只 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,低温加热至完全溶解,取下,冷却移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 3.10 汞标准贮存溶液:(100  $\mu$ g/mL)称取 0.135 4 g 二氯化汞(质量分数不小于 99%)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.3),溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。
- 3.11 镉、汞、铅标准溶液:分别移取 15.00 mL 镉、铅、汞标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,加入

5 mL硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含 15 μg 镉、汞、铅。

3.12 砷、铁标准溶液:分别移取 5.00 mL 砷、铁标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含 5 μg 砷、铁。

4 仪器

- 电感耦合等离子体发射光谱仪,配备雾化进样系统。
- 光源:等离子光源,使用功率不小于 750 W。
- 仪器的参考工作条件见附录 A。
- 电感耦合等离子体检出限见附录 B。

5 试样

试样需均匀、干燥、密封完好。

6 分析步骤

6.1 试料

在干燥的环境下,快速准确的称取 1.000 0 g 试料,精确至 0.000 1 g。  
独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 标准系列溶液的制备

分别移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 镉、汞、铅标准溶液(3.11)和 5.00 mL、3.00 mL、1.00 mL、0 mL 砷、铁标准溶液(3.12),加 5 mL 混合酸(3.5),稀释至刻度,混匀。此系列溶液 1 mL 分别含有:

Cd、Hg、Pb:0.00 μg/mL、0.15 μg/mL、0.45 μg/mL、0.75 μg/mL;  
As、Fe:0.25 μg/mL、0.15 μg/mL、0.05 μg/mL、0.00 μg/mL。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中(随同试料做空白实验),用水湿润,加入 10 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,低温溶解约 2 min,取下稍冷,用水冲洗表皿及杯壁,煮沸,取下冷至室温,移于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 测定元素推荐分析谱线,见表 2。

表 2 推荐分析谱线

元 素	As	Cd	Fe	Hg	Pb
分析谱线/nm	189.0	228.8	259.9	184.9	220.3

6.4.3 将分析试液(6.4.1)与标准溶液(6.3)在选定的工作条件下同时进行等离子体光谱测定。

7 分析结果的计算

待测元素的含量以待测元素的质量分数  $w_x$  计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $\rho_1$ ——自工作曲线查得的试样溶液的元素浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- $\rho_0$ ——自工作曲线查得的随同试样空白的元素浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——测定试样的体积,单位为毫升(mL);  
m——试样的称样量,单位为克(g)。  
所得结果表示至二位有效数字。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限(*r*),以大于重复性限(*r*)的情况不超过 5%为前提,重复性限(*r*)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 重复性

$w_{As}/\%$	0.001 4	0.002 2		
$(r)/\%$	0.000 22	0.000 23		
$w_{Cd}/\%$	0.001 9	0.003 8	0.005 1	
$(r)/\%$	0.000 17	0.000 20	0.000 23	
$w_{Fe}/\%$	0.000 65	0.001 2	0.001 7	
$(r)/\%$	0.000 09	0.000 23	0.000 28	
$w_{Hg}/\%$	0.000 51	0.001 5	0.003 0	0.005 0
$(r)/\%$	0.000 08	0.000 17	0.000 22	0.000 27
$w_{Pb}/\%$	0.002 7	0.004 9		
$(r)/\%$	0.000 30	0.000 55		

8.2 再现性

在再现性条件下获得两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限(*R*),以大于重复性限(*R*)的情况不超过 5%为前提,重复性限(*R*)按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4 再现性

$w_{As}/\%$	0.001 4	0.002 2		
$(R)/\%$	0.000 34	0.000 35		
$w_{Cd}/\%$	0.001 9	0.003 8	0.005 1	
$(R)/\%$	0.000 20	0.000 23	0.000 32	
$w_{Fe}/\%$	0.000 65	0.001 2	0.001 7	
$(R)/\%$	0.000 10	0.000 25	0.000 30	
$w_{Hg}/\%$	0.000 51	0.001 5	0.003 0	0.005 0
$(R)/\%$	0.000 08	0.000 17	0.000 24	0.000 27
$w_{Pb}/\%$	0.002 7	0.004 9		
$(R)/\%$	0.000 45	0.000 93		

9 质量控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器工作条件

全谱直读等离子体发射光谱仪参考工作条件如表 A.1。

表 A.1 仪器工作条件

功率/W	辅助气/(L/min)	雾室压力/PSI	泵速/(r/min)	长波/s	短波/s
900	0.5	26	100	15	25

附 录 B  
(资料性附录)  
元素的检出限

全谱直读等离子体发射光谱仪测定试样中砷、镉、铁、汞、铅各元素波长的检出限见表 B. 1。

表 B. 1 元素的检出限

元素波长 {能级}	As189.0 {177}	Cd228.8 {147}	Fe259.9 {129}	Hg184.9 {181}	Pb220.3 {152}
检出限/(μg/mL)	0.020 0	0.003 0	0.010 0	0.005 0	0.020 0

\_\_\_\_\_

中华人民共和国有色金属  
行 业 标 准  
二氧化硒化学分析方法  
第 2 部分：砷、镉、铁、汞、铅量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
YS/T 715.2—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 9 千字  
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

\*

书号：155066·2-20591 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533



YS/T 715.2-2009