



中华人民共和国国家标准

GB/T 41331—2022

染料产品中砷、汞、锑、硒的测定 原子荧光光谱法

Determination of arsenic, mercury, antimony and selenium in dye products—
Atomic fluorescence spectrometry

2022-03-09 发布

2022-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本文件起草单位：宁夏保隆科技有限公司、深圳市标色染料科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、浙江龙奇印染有限公司、厦门市翰均科检测科技有限公司、浙江理工大学、沈阳化工研究院有限公司、传化智联股份有限公司。

本文件主要起草人：季平、杨振梅、梁沛基、薛岩、姚连琪、严绍德、杨雷、王勇、赵婷、曹荣武、谈成。

染料产品中砷、汞、铊、硒的测定

原子荧光光谱法

1 范围

本文件规定了原子荧光光谱仪测定染料产品中砷、汞、铊、硒的方法。

本文件适用于染料产品中砷、汞、铊、硒的量的测定。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 21191 原子荧光光谱仪

JJG 196—2006 常用玻璃量器

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

经湿法消解或微波消解处理后的试液进入原子荧光光谱仪,在酸性条件的硼氢化钾(或硼氢化钠)还原作用下,生成砷化氢、铊化氢、硒化氢气体和汞原子,氢化物在氩氢火焰中形成基态原子,其基态原子和汞原子受元素(砷、汞、铊、硒)灯发射光的激发产生原子荧光,原子荧光强度与试液中待测元素含量在一定范围内呈正比。

5 试验方法

5.1 一般规定

除另有规定外,本文件所用试剂均为分析纯。实验室用水均应符合 GB/T 6682—2008 中二级水的要求。

检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3 修约值比较法进行。

5.2 试剂和材料

5.2.1 硝酸,优级纯。

5.2.2 高氯酸,优级纯。

- 5.2.3 混酸:高氯酸和硝酸按体积比 1 : 3 混合均匀。
- 5.2.4 盐酸,优级纯。
- 5.2.5 1+9 盐酸溶液:盐酸与水按体积比 1 : 9 混合均匀。
- 5.2.6 1+9 硝酸溶液:硝酸与水按体积比 1 : 9 混合均匀。
- 5.2.7 过氧化氢,优级纯。
- 5.2.8 抗坏血酸。
- 5.2.9 硫脲。
- 5.2.10 抗坏血酸-硫脲混合溶液:10 g 抗坏血酸和 10 g 硫脲用 100 mL 水溶解。此溶液应现配现用。
- 5.2.11 硼氢化钾。
- 5.2.12 氢氧化钠。
- 5.2.13 高纯氩气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 5.2.14 实验室常用器皿:符合 JJG 196—2006 中的 A 级玻璃量器和玻璃器皿。
- 5.2.15 砷、汞、锑、硒标准溶液:向有证标准物质供应商购买,浓度为 1.000 mg/mL。密封冷藏。

5.3 仪器和设备

- 5.3.1 原子荧光光谱仪:仪器性能指标应符合 GB/T 21191 的规定。
- 5.3.2 元素灯(砷、汞、锑、硒)。
- 5.3.3 微波消解仪。
- 5.3.4 加热器(可调温)。
- 5.3.5 天平:精度为 0.000 1 g。

5.4 试验步骤

5.4.1 各元素标准溶液制备

5.4.1.1 标准储备液

- 5.4.1.1.1 As 标准储备液的配制:用移液管吸取 As 标准溶液 1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用 0.2 mol/L 的盐酸溶液定容。配成 1.00 mg/L 的标准储备液。
- 5.4.1.1.2 Hg 标准储备液的配制:用移液管吸取 Hg 标准溶液 1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用 0.2 mol/L 的硝酸溶液定容。配成 1.00 mg/L 的标准储备液。
- 5.4.1.1.3 Sb 标准储备液的配制:用移液管吸取 Sb 标准溶液 1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用 0.2 mol/L 的盐酸溶液定容。配成 1.00 mg/L 的标准储备液。
- 5.4.1.1.4 Se 标准储备液的配制:用移液管吸取 Se 标准溶液 1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用 0.2 mol/L 的盐酸溶液定容。配成 1.00 mg/L 的标准储备液。

5.4.1.2 标准工作溶液

5.4.1.2.1 标准工作溶液浓度范围和配制

适合于各元素标准工作曲线测定的各标准工作溶液浓度范围如表 1 所示。标准工作溶液宜按 5.4.1.2.2 的方法配制,也可用仪器制造商推荐的配制方法配制。标准工作溶液应现配现用。

表 1 各标准工作溶液浓度

序号	元素名称	元素符号	浓度范围/(mg/L)
1	砷(arsenic)	As	0~0.01
2	汞(mercury)	Hg	0~0.005
3	锑(antimony)	Sb	0~0.01
4	硒(selenium)	Se	0~0.01

5.4.1.2.2 标准工作溶液的配制

5.4.1.2.2.1 砷(As)标准工作溶液的配制

按表 1 给出的浓度范围,配制包括空白的 4 个~6 个不同浓度的标准工作溶液。

分别吸取一定量的 1.00 mg/L 的砷标准储备液(如 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、…、1.00 mL)于 100 mL 容量瓶中,各加入 1+9 的盐酸溶液(5.2.5)50 mL,再加入抗坏血酸-硫脲混合溶液(5.2.10)10 mL,用水定容至 100 mL。室温放置 2 h 以上或放置过夜。

5.4.1.2.2.2 汞(Hg)标准工作溶液的配制

按表 1 给出的浓度范围,配制包括空白的 4 个~6 个不同浓度的标准工作溶液。

分别吸取一定量的 1.00 mg/L 的汞标准储备液(如 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、…、0.50 mL)于 100 mL 容量瓶中,各加入 1+9 硝酸溶液(5.2.6)50 mL,然后用水定容至 100 mL。

5.4.1.2.2.3 锑(Sb)标准工作溶液的配制

按表 1 给出的浓度范围,配制包括空白的 4 个~6 个不同浓度的标准工作溶液。

分别吸取一定量的 1.00 mg/L 的锑标准储备液(如 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、…、1.00 mL)于 100 mL 容量瓶中,各加入 1+9 的盐酸溶液(5.2.5)50 mL,再加入抗坏血酸-硫脲混合液(5.2.10)10 mL,用水定容至 100 mL。

5.4.1.2.2.4 硒(Se)标准工作溶液的配制

按表 1 给出的浓度范围,配制包括空白的 4 个~6 个不同浓度的标准工作溶液。

分别吸取一定量的 1.00 mg/L 的硒标准储备液(如 0 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、…、1.00 mL)于 100 mL 容量瓶中,各加入 1+9 的盐酸溶液(5.2.5)50 mL,再加入抗坏血酸-硫脲混合液(5.2.10)10 mL,用水定容至 100 mL。

5.4.2 样品溶液的制备

5.4.2.1 试样的前处理

5.4.2.1.1 微波消解

称取染料样品约 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于消解内管中,加入 8 mL 浓硝酸、2 mL 过氧化氢。室温下静置过夜或将消解内管盖上内管盖在配套的加热板上于 80 ℃~100 ℃ 预加热 20 min,让样品和浓酸及双氧水初步反应完全(至不再明显地冒烟或冒泡),冷却至室温。然后将容器封闭,并按照微波消解仪的操作规程,置于微波消解仪内,设定适当的消解程序(例如表 2 所示),在微波消解仪中进行消解。消解完成,待容器冷却至室温后,打开容器。把消解溶液经充分赶酸后转移至 50 mL 的容量

瓶中(若溶液出现浑浊、沉淀或机械性杂质,应过滤去除杂质),用水稀释到刻度。
同时按相同方法制备一空白溶液,测定时作为空白参比溶液。

表 2 消解程序示例

阶段	温度/℃	压力/MPa	保持时间/min
1	100	2.0	2.0
2	130	3.0	2.0
3	160	3.5	3.0
4	190	4.0	3.0
5	220	4.5	5.0

5.4.2.1.2 湿法消解

称取染料试样 1 g(精确至 0.000 1 g),置于 150 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 盐酸(5.2.4)和 10 mL 硝酸(5.2.1),将锥形瓶放在加热器(5.3.4)上缓慢加热,直至黄烟基本消失;稍冷后加入 10 mL 混酸(5.2.3),在加热器上大火加热,至试样完全消解而得到无色或微黄透明的溶液(为此,有时需酌情补加混酸);稍冷后加入 10 mL 水,加热至沸并进而冒白烟,再保持数分钟以驱除残余的混酸,然后冷却到室温,把溶液转移至 50 mL 容量瓶中(若溶液出现浑浊、沉淀或机械性杂质,应过滤去除杂质),用水稀释到刻度。
同时按相同方法制备一空白溶液,测定时作为空白参比溶液。

5.4.2.2 样品测定溶液配制

5.4.2.2.1 砷测定溶液

吸取按 5.4.2.1 制得的消解溶液 20 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入抗坏血酸-硫脲混合溶液(5.2.10) 5 mL,然后用 1+9 的盐酸溶液(5.2.5)定容,室温放置 2h 以上或放置过夜。

5.4.2.2.2 汞测定溶液

吸取按 5.4.2.1 制得的消解溶液 25 mL 于 50 mL 容量瓶中,然后用 1+9 的硝酸溶液(5.2.6)定容。

5.4.2.2.3 铈测定溶液

吸取按 5.4.2.1 制得的消解溶液 20 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入抗坏血酸-硫脲混合溶液(5.2.10) 5 mL,然后用 1+9 的盐酸溶液(5.2.5)定容。

5.4.2.2.4 硒测定溶液

吸取按 5.4.2.1 制得的消解溶液 20 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入抗坏血酸-硫脲混合溶液(5.2.10) 5 mL,然后用 1+9 的盐酸溶液(5.2.5)定容。

5.4.3 测定

按原子荧光光谱仪的操作规程,按照仪器制造商提供的参数,调整仪器到最佳工作状态,按照仪器制造商提供的测定方法,配制适当浓度的硼氢化钾-氢氧化钠溶液(还原液),执行由该仪器的操控电脑所发出的指令,同时吸入测定溶液和还原液,依次测定各标准工作溶液的荧光强度,并绘制标准工作曲线。然后测定空白参比溶液的荧光强度,再测定染料样品测定溶液的荧光强度(如荧光强度超出曲线

上限,则吸取一定量样品溶液用空白参比溶液稀释后再重新测定)。将相关数据输入电脑,获取由电脑自动给出的列有试样中元素含量及其他数据的测定报告。

5.5 结果的确定

两次平行测定结果之差不超过两次测定结果算术平均值的10%,或 ≤ 0.1 mg/kg时,取其算术平均值作为测定结果。如某种元素仪器给出的结果为0或负值,则测定结果以 $\leq$ 检出限和样品稀释倍数乘积的值表示。

5.6 检出限

本文件砷的检出限为 $0.05\text{ }\mu\text{g/L}$,测定下限为 $0.2\text{ }\mu\text{g/L}$;汞的检出限为 $0.02\text{ }\mu\text{g/L}$,测定下限为 $0.08\text{ }\mu\text{g/L}$;铈的检出限为 $0.05\text{ }\mu\text{g/L}$,测定下限为 $0.2\text{ }\mu\text{g/L}$;硒的检出限为 $0.05\text{ }\mu\text{g/L}$,测定下限为 $0.2\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

6 试验报告

试验报告应给出试验过程的下述要点:

- a) 样品的名称和来源;
 - b) 本文件编号;
 - c) 检验日期;
 - d) 测定方法的说明(当客户有此要求时);
 - e) 使用仪器的名称和型号;
 - f) 各金属元素的名称和检出量;
 - g) 其他需要说明的事项。
-