**ICS** 77.120.01

**CCS D** 46

团体标准

**T/CGA** XXXX—202X

黄金行业水质化学分析方法 银、砷、钡、镉、铬、铜、铁、锰、镍、铅、锌含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

**Method for chenical analysis of water in gold industry—Determination of
Ag**、**As**、**Ba**、**Cd**、**Cr**、**Cu**、**Fe**、**Mn**、**Ni**、**Pb**、**Zn—Inductively
coupled plasma optical emission spectrometry**

（征求意见稿）

20××-××-××发布 20××-××-××实施

**中国黄金协会** 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。

本文件由中国黄金协会提出。

本文件由全国黄金标准化技术委员会（SAC/TC 379）归口。

本文件起草单位：长春黄金研究院有限公司

本文件主要起草人：

黄金行业水质化学分析方法 银、砷、钡、镉、铬、铜、铁、
锰、镍、铅及锌含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

警示：硝酸、高氯酸具有强氧化性和腐蚀性，盐酸具有强挥发性和腐蚀性，操作时应佩戴防护用品，并在通风橱内操作。

1 范围

本文件规定了黄金行业水质中银、砷、钡、镉、铬、铜、铁、锰、镍、铅及锌等11种元素的测定方法。

本文件适用于黄金行业水质中银、砷、钡、镉、铬、铜、铁、锰、镍、铅及锌等11种元素总量的测定。各测定元素分析方法检出限和测定下限见表1。

表1 测定元素分析方法检出限和测定下限汇总表

单位为毫克每升

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元 素 | 检出限 | 测定下限 |
| 银 | 0.010 | 0.040 |
| 砷 | 0.015 | 0.06 |
| 钡 | 0.005 | 0.02 |
| 镉 | 0.007 | 0.028 |
| 铬 | 0.07 | 0.28 |
| 铜 | 0.03 | 0.12 |
| 铁 | 0.15 | 0.60 |
| 锰 | 0.014 | 0.056 |
| 镍 | 0.003 | 0.012 |
| 铅 | 0.016 | 0.064 |
| 锌 | 0.04 | 0.16 |

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。

HJ 91.1 污水监测技术规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

试液用硝酸、高氯酸溶解（砷、钡、镉、铜、铁、锰、镍、铅和锌）或硝酸、硫酸溶解（银和铬的测定），在稀硝酸介质中，于电感耦合等离子体发射光谱仪选定的条件下，测定各元素的光谱强度，按照标准曲线法计算各元素浓度。

5 试剂或材料

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。

5.1 硝酸，*ρ*=1.42 g/mL。

5.2 盐酸，*ρ*=1.19 g/mL。

5.3 硫酸，*ρ*=1.84 g/mL。

5.4 高氯酸，*ρ*=1.68 g/mL。

5.5 氩气：纯度不低于99.9％。

5.6 盐酸（1+1）。

5.7 硝酸（1+1）。

5.8 硝酸（2+98）。

5.9 硫酸（1+4）。

5.10 氢氧化钠溶液（100 g/L）：称取100 g氢氧化钠溶于适量水中，溶解后加水定容至1 000 mL，摇匀。

5.11 标准溶液

a） 单元素标准贮备液。自配或购买市售有证标准溶液。

1） 银标准贮存溶液：银标准贮存溶液：称取0.500 0 g金属银（*ω*Ag≥99.99％），置于100 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.1），加热至完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，用不含氯离子的水移入1 000 mL棕色容量瓶中，加入30 mL硝酸（5.1），用不含氯离子水稀释至刻度，混匀。

注1：此溶液1 mL含1.000 mg银。

2） 砷标准贮存溶液：称取0.132 0 g三氧化二砷（预先在100 ℃～105 ℃烘1 h，置于干燥器中冷却至室温）于100 mL烧杯中，加入5 mL氢氧化钠溶液（5.10），低温加热溶解，加50 mL水，2滴酚酞（5.12），用硫酸（5.9）中和至红色刚消失，过量2 mL，移入
1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注2：此溶液1 mL含1.000 mg砷。

3） 钡标准贮存溶液：称取 1.5163 g无水氯化钡（预先在250 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温)，加入20 mL硝酸（5.7）溶解，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注3：此溶液1 mL含1.000 mg钡。

4） 镉标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属镉（*ω*Cd≥99.99％），加入30 mL硝酸（5.1）溶解，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注4：此1 mL含1.000 mg镉。

5） 铬标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属铬（*ω*Cr≥99.99％），加入30 mL盐酸（5.6）加热溶解，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注5：此溶液1 mL含1.000 mg铬。

6） 铜标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属铜（*ω*Cu≥99.99％），加入30 mL硝酸（5.7）加热溶解，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注6：此溶液1 mL含1.00 0 mg铜。铜（Cu）：*ρ*=1 000 mg/L。

7） 铁标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属铁（*ω*Fe≥99.99％），加入150 mL盐酸（5.6）溶解，冷却移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注7：此溶液1 mL含1.000 mg铁。

8） 锰标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属锰（*ω*Mn≥99.99％），加入30 mL盐酸（5.6）加热溶解，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注8：此溶液1 mL含1.000 mg锰。

9） 镍标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属镍（*ω*Ni≥99.99％），加入30 mL硝酸（5.7）加热溶解，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注9：此溶液1 mL含1.000 mg镍。镍（Ni）：*ρ*=1 000 mg/L。

10） 铅标准贮存溶液：称取 1.000 0 g金属铅（*ω*Pb≥99.99％），加入30 mL硝酸（5.7）加热溶解，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注10：此溶液1 mL含1.000 mg铅。

11） 锌标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属锌（*ω*Zn≥99.99％），加入40 mL盐酸（5.2）溶解，煮沸，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。

注11：此溶液1 mL含1.000 mg锌。

b） 混合标准溶液：移取砷、钡、镉、铜、铁、锰、镍、铅、锌、铬各单标溶液10.00 mL至100 mL容量瓶中，加入2.00 mL硝酸，用水稀释至刻线，摇匀。

注12：此溶液1 mL含100.0 μg各元素。

c） 银标准溶液：移取银标准溶液［5.11a）1）］5.00 mL至100 mL容量瓶中，加入2.00 mL硝酸，用水稀释至刻线，摇匀。

注13：此溶液1 mL含50.0 μg银。

5.12 酚酞（1 g/L））：称取1 g酚酞（C20H14O4）溶于100 mL乙醇中。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——波长：仪器波长示值误差不大于±0.03 nm，示值误差重复性不大于0.005 nm；

——仪器稳定性：用2.00 mg/L的银、砷、钡、镉、铬、铜、铁、汞、锰、镍、铅、锌标准溶液测量10次，其发射强度的相对标准偏差均不大于2%。

6.2 温控电热板：具温控功能（温度稳定±5 ℃），可控温度大于180 ℃。

6.3 一般实验室常用仪器设备及器皿。

7 样品

7.1 样品的采集

按照HJ 91.1的相关规定采集样品于采样瓶中，采集样品体积不少于250 mL。

7.2 样品的保存

采样后应加硝酸固定，每升水样加入硝酸10 mL，可常温保存14 d。

8 分析步骤

8.1 空白试验

随同试液做空白试验，平行测定两份，结果取其平均值。

8.2 试液的制备

8.2.1 测定砷、钡、镉、铜、铁、锰、镍、铅、锌

8.2.1.1 量取25.00 mL样品溶液至250 mL烧杯中。

8.2.1.2 在通风橱内，加入5 mL硝酸（5.1），于电热板上280 ℃加热消解2 min，取下稍冷。

8.2.1.3 加入3 mL高氯酸（5.4），消解至溶液近干，取下稍冷。

8.2.1.4 加入0.5 mL硝酸（5.1），用少量蒸馏冲洗表面皿及杯壁，加热溶解残渣。

8.2.1.5 冷却，转移至25 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，待测。

8.2.2 测定银和铬

8.2.2.1 量取25.00 mL样品溶液至250 mL烧杯中。

8.2.2.2 在通风橱内，依次加入5 mL硝酸（5.1），2 mL硫酸（5.3），于电热板上280 ℃加热消解至溶液近干，取下稍冷。

8.2.2.3 加入0.5 mL硝酸（5.1），用少量蒸馏冲洗表面皿及杯壁，加热溶解残渣。

8.2.2.4 冷却后转移至25 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，待测。

8.3 试液的测定

在与建立标准曲线相同的条件下，分别测定8.2.1和8.2.2所得试液及随同空白溶液中被测元素的谱线强度。在标准曲线上查得目标元素含量。若试液中待测元素浓度超出标准曲线范围，应稀释后重新测定。

8.4 标准曲线的绘制

8.4.1 依次配制一系列待测元素的标准溶液，可根据实际样品中待测元素浓度情况选择校准曲线的浓度范围0.00 mg/L～5.00 mg/L或0.00 mg/L～20.0 mg/L：

a） 分别移取一定体积的多元素混合标准溶液［5.11b）］，用硝酸溶液（5.8）定容，配制混合系列标准曲线；

b） 分别移取一定体积的银标准溶液［5.11c）］，用硝酸溶液（5.8）定容，配置银标准系列。

8.4.2 将标准溶液由低浓度到高浓度依次导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照仪器参考测量条件测量发射强度。

8.4.3 以目标元素系列质量浓度为横坐标，发射强度值为纵坐标，建立目标元素的标准曲线。

9 试验数据处理

各元素含量按照公式（1）计算。

 （1）

式中：

*ρ* ——样品溶液中目标元素的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*1 ——试液中目标元素的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*ρ*0 ——空白溶液中目标元素的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*V*1——稀释时试液的定容体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——稀释时分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

测定结果小数位数与方法检出限一致，最多保留三位有效数字。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的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超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5％，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法求得。

表2 重复性限

单位为毫克每升

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ρ*Cu | 0.425 | 0.881 | 1.93 | 4.9 | 10.2 | 46.4 |
| *r* | 0.036 | 0.04 | 0.109 | 0.34 | 0.38 | 1.3 |
| *ρ*Pb | 0.425 | 0.784 | 1.18 | 4.03 | 4.62 | 10.4 |
| *r* | 0.033 | 0.121 | 0.14 | 0.22 | 0.28 | 0.4 |
| *ρ*Zn | 0.467 | 0.986 | 2.07 | 5.08 | 10.5 | 18.5 |
| *r* | 0.049 | 0.036 | 0.13 | 0.31 | 0.4 | 1.0 |
| *ρ*Cd | 0.411 | 0.936 | 2.01 | 4.71 | 9.85 | 18.1 |
| *r* | 0.026 | 0.029 | 0.16 | 0.27 | 0.23 | 1.1 |
| *ρ*Cr | 0.462 | 0.913 | 1.97 | 4.7 | 8.73 | 16.7 |
| *r* | 0.028 | 0.03 | 0.14 | 0.19 | 0.7 | 0.7 |
| *ρ*Ba | 0.434 | 0.375 | 0.702 | 3.69 | 3.96 | 4.27 |
| *r* | 0.022 | 0.036 | 0.038 | 0.25 | 0.26 | 0.2 |
| *ρ*Ni | 0.414 | 0.913 | 1.89 | 4.93 | 10.1 | 18 |
| *r* | 0.019 | 0.027 | 0.11 | 0.32 | 0.5 | 0.6 |
| *ρ*Mn | 0.096 | 0.263 | 0.415 | 0.856 | 1.69 | 4.39 |
| *r* | 0.01 | 0.022 | 0.025 | 0.051 | 0.22 | 0.16 |
| *ρ*Fe | 0.189 | 0.377 | 1.48 | 5.08 | 9.28 | 46.1 |
| *r* | 0.015 | 0.02 | 0.1 | 0.15 | 0.35 | 1.9 |
| *ρ*As | 0.109 | 0.315 | 0.754 | 1.75 | 1.94 | 3.14 |
| *r* | 0.014 | 0.022 | 0.031 | 0.13 | 0.08 | 0.12 |
| *ρ*Ag | 0.089 | 0.109 | 0.475 | 0.935 | 0.61 | 1.68 |
| *r* | 0.015 | 0.018 | 0.031 | 0.031 | 0.028 | 0.12 |

10.2 再现性

在再现性条件下获得的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超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5％，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法求得。

表3 再限性限

单位为毫克每升

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ρ*Cu | 0.425 | 0.881 | 1.93 | 4.9 | 10.2 | 46.4 |
| *R* | 0.036 | 0.043 | 0.11 | 0.34 | 0.38 | 2.9 |
| *ρ*Pb | 0.049 | 0.121 | 0.14 | 0.22 | 0.28 | 0.51 |
| *R* | 0.467 | 0.986 | 2.07 | 5.08 | 10.5 | 18.5 |
| *ρ*Zn | 0.049 | 0.04 | 0.14 | 0.31 | 0.4 | 1.2 |
| *R* | 0.411 | 0.936 | 2.01 | 4.71 | 9.85 | 18.1 |
| *ρ*Cd | 0.03 | 0.029 | 0.18 | 0.27 | 0.23 | 1.1 |
| *R* | 0.462 | 0.913 | 1.97 | 4.7 | 8.73 | 16.7 |
| *ρ*CR | 0.074 | 0.03 | 0.17 | 0.19 | 0.7 | 0.7 |
| *R* | 0.434 | 0.375 | 0.702 | 3.69 | 3.96 | 4.27 |
| *ρ*Ba | 0.075 | 0.036 | 0.038 | 0.25 | 0.26 | 0.2 |
| *R* | 0.414 | 0.913 | 1.89 | 4.93 | 10.1 | 18 |
| *ρ*Ni | 0.021 | 0.027 | 0.13 | 0.32 | 0.5 | 1.2 |
| *R* | 0.096 | 0.263 | 0.415 | 0.856 | 1.69 | 4.39 |
| *ρ*Mn | 0.011 | 0.022 | 0.025 | 0.051 | 0.22 | 0.18 |
| *R* | 0.189 | 0.377 | 1.48 | 5.08 | 9.28 | 46.1 |
| *ρ*Fe | 0.015 | 0.02 | 0.10 | 0.15 | 0.40 | 2.8 |
| *R* | 0.109 | 0.315 | 0.754 | 1.75 | 1.94 | 3.14 |
| *ρ*As | 0.023 | 0.022 | 0.031 | 0.13 | 0.1 | 0.13 |
| *R* | 0.089 | 0.109 | 0.475 | 0.935 | 0.61 | 1.68 |
| *ρ*Ag | 0.015 | 0.018 | 0.031 | 0.033 | 0.028 | 0.16 |
| *R* | 0.425 | 0.881 | 1.93 | 4.9 | 10.2 | 46.4 |

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批样品至少做2个实验室空白，所测元素的空白值不得超过方法测定下限。若超出则应查找原因，重新分析直至合格之后才能分析样品。

11.2 校准

每批样品分析均应绘制校准曲线，校准曲线的相关系数应大于或等于0.995。每分析10个样品应用一个校准曲线的中间点浓度标准溶液进行校准核查，其测定结果与最近一次校准曲线该点浓度的相对偏差应≤10%，否则应重新绘制校准曲线。

11.3 精密度、准确度控制

11.3.1 平行双样测定

每10个样品做1个平行双样，样品数量少于10个时，应至少测定一个平行双样，各元素测定结果的实验室内相对标准偏差应小于10%。

11.3.2 准确度控制

对实际样品进行测定时每批样品应带有证标准物质，其测定结果应在给出的不确定度范围内，无法购买有证标准物质时，应对实际样品进行加标测试，其加标回收率范围应在70%～120%之间。

12 废物处理

试验过程中产生的废液和废物应分类收集和保管，委托有资质的单位进行处理。

13 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象，

——使用的文件T/CGA ××××—202×，

——试验结果及其表示，

——与基本试验步骤的差异，

——试验中观察到的异常现象，

——试验日期。

附 录 **A**
（资料性）
元素测定波长及元素间干扰

根据仪器说明书及样品基体情况选择待测元素的检测波长。表A.1列出电感耦合等离子体发射光谱法测定中常选择的测定波长及其该波长下的谱线干扰。

表**A**.1 元素测定波长及元素间干扰

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 测定波长 | 干扰元素 | 测定元素 | 测定波长 | 干扰元素 |
| 银 | 328.086338.289 | 钛、锰锑、铬 | 铁 | 239.924240.488259.940261.762238.204 | 铬钼、钴、镍钼、钨镁、钙、铍、锰 |
| 砷 | 189.042193.696193.759197.262 | 铬铝铝、铁、镍、钒铅、钴 | 锰 | 257.610293.306 | 铁、镁、铝铝、铁 |
| 钡 | 233.53455.403493.409 | 铁、钒铁钪 | 镍 | 231.604232.003 | 铁、钴汞 |
| 镉 | 214.440226.502228.802361.051 | 铁铁、镍、钾砷镍 | 铅 | 220.353283.306 | 铁、铝、铜、镍 |
| 铬 | 205.552267.716283.563357.869 | 铍、钼、镍锰、镁铁、钼铁 | 锌 | 202.548206.200213.857 | 镁镍镍、铜、铁 |
| 铜 | 324.7327.396 | 铁、铝、钛、钼 |  |  |  |