

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2263—2009

煤或焦炭中砷、溴、碘的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of arsenic, bromine and iodine in coal and coke—
Inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

2009-02-20 发布

2009-09-01 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 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孙明星、陈宗宏、李晨、尤叶春、范东奇。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

煤或焦炭中砷、溴、碘的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了微波消解 ICP-MS 测定煤或焦炭样品中砷、溴和碘的方法。

本标准适用于煤或焦炭中的砷、溴和碘的 ICP-MS 测定。其测定范围为：砷：0.30 mg/kg ~ 200 mg/kg；溴：30 mg/kg ~ 300 mg/kg；碘：0.5 mg/kg ~ 200 mg/kg。

2 规范性引用文件

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）或修订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制备

GB/T 6682 分析实验用水规格和实验方法

3 方法提要

试样采用高温压力微波密闭消解——混合酸溶处理，再经氧化剂稳定，稀释定容后，用铟做内标进行 ICP-MS 测定，以质荷比强度与其元素浓度的定量关系，测定样品中砷、溴和碘含量。

4 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂，必要时采取亚沸蒸馏提纯。实验用水符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$, 65%)。
- 4.2 氢氟酸，(HF>40%)。
- 4.3 过氧化氢($\rho=1.10 \text{ g/mL}$, H₂O₂39%)。
- 4.4 甲醇。
- 4.5 乙醇。
- 4.6 硼酸。
- 4.7 硝酸(1+1)。
- 4.8 高锰酸钾，2%（质量分数）。
- 4.9 四氟硼酸，50%（质量分数）。
- 4.10 硝酸银，0.1%（质量分数），硝酸(1+99)介质。
- 4.11 过硫酸钠，10%（质量分数）。

准确称取过硫酸钠 10 g 溶于 90 mL 水的烧杯中，存于棕色试剂瓶中，现用现配。

- 4.12 碘酸钾(>99.999%)。
- 4.13 溴酸钾(>99.999%)。
- 4.14 砷、溴和碘元素标准储备液：砷、溴和碘质量浓度均为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，硝酸(2+98)介质。直接购买有标准物质证书、且在有效期内的元素标液，也可采用标准试剂(4.12, 4.13)按 GB/T 602 方法进行配制。