



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—202X

烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第5部分： 铅和铅化合物含量的测定 电感耦合等 离子体原子发射光谱法

Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances —
Part 5: Analysis of lead and lead compounds by inductively coupled plasma
spectrometry

(ISO 22863-5:2021)

草案版次选择

本稿完成时间：2024-03-20

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 仪器	1
6 标准物质与化学试剂	2
7 校准	2
8 程序	2
9 准确度与精密度	3
10 试验报告	3

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国烟花爆竹标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：湖南省烟花爆竹产品安全质量检验中心。

本文件主要起草人：杨林。

GB/T XXXXX-1是下列系列标准的一部分：

- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第1部分：总则
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第2部分：六氯代苯含量的测定 气相色谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第3部分：铅和铅化合物含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第4部分：铅和铅化合物含量的测定 X-射线荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第5部分：铅和铅化合物含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第6部分：粒度小于40 μm 铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第7部分：氯酸盐含量的测定 化学滴定分析法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第8部分：砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第9部分：汞含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第10部分：硝化纤维素中氮含量的测定 硫酸亚铁滴定法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第11部分：磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第12部分：苦味酸含量的测定 高效液相色谱法

烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第5部分：铅和铅化合物含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定烟火药中铅和铅化合物含量的方法。本方法适用于烟花爆竹烟火药中铅和铅化合物含量的测定。

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 XXXXX 烟花-特定化学物质的检测方法 第1部分 总则。

3 术语和定义

GB/T XXXXX.1中界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-OES)是一种测定水溶液中微量金属元素的光谱技术。样品溶液被连续吸入到电感耦合等离子体中，其中待测物质被转化为激发态的气相原子或离子。当激发态的原子或离子回到基态时，它们以光的形式发射能量，其波长是每种特定元素的特征。所选波长发出的能量强度与样品中该元素的量(浓度)成正比。因此，通过确定样品的发射波长及其强度，可以量化样品相对于标准物质的组成元素。对于复杂的固体样品，在分析之前有必要进行适当的酸消化，以确保 ICP-OES 分析具有较少的偏差。

4.2 样品用硝酸消化，过滤，在酸性介质中配制成一定体积。用 ICP-OES 法测定样品溶液中的铅含量。可以将溶液稀释到适当的体积，使含铅的浓度符合设备的校准曲线。

5 仪器

5.1 电感耦合、氩等离子体、光学发射光谱仪及其制造商推荐的操作附件。

5.2 分析天平：精度 0.1 mg。

5.3 烘箱：能保持(105±5)℃。

5.4 坩埚：25 mL。

5.5 容量瓶：1000 mL。

5.6 清洁的普通实验室用品。

6 标准物质与化学试剂

6.1 铅标准储备液:

购置不同浓度的铅标准溶液, 或准确称取 1.5985 g 硝酸铅[Pb(NO₃)₂] (纯度为 99.7 %, 使用前在 105 °C 条件下干燥), 用少量的 HNO₃ (50 %) (6.2) 溶解, 再加入 10 ml HNO₃ (50 %) (6.2), 用蒸馏水 (6.3) 转移至 1000 ml 容量瓶 (5.5) 中稀释至刻度。

6.2 硝酸 (HNO₃): 50 %AR。

6.3 试剂水、蒸馏水或电离水, 应无干扰。

7 校准

7.1 若仪器设备的校准程序失效时, 按下列方法建立校准标准曲线:

a) 用 1000 μg/ml 铅 (Pb) 储备液 (6.1) 稀释, 配制 0.00、0.25 μg/ml、0.50 μg/ml、1.00 μg/ml、5.00 μg/ml 和 10.0 μg/ml 等浓度的校准标准溶液。

b) 用含 2 % 硝酸的 1000 μg/ml 标准储备溶液配制 2 μg/ml 钇内标溶液 (可选)。如果被测物是微量 ppm 水平, 建议使用内标溶液 (Y), 否则与外标溶液 (Pb) 比较就足够了。

7.2 设备 (5.1) 条件:

a) 等离子气体流量: 15.0 L/min。

b) 雾化器流量: 0.75 L/min。

c) 泵速: 20 r/min。

d) 辅助流量: 1.5 L/min。

e) 波长: 铅 (Pb) 220.353 nm, 钇 (Y) 324.228 nm (可选) (应使用如 2 μg/ml 钇内标物时)。

f) 功率: 1.30 kW。

7.3 根据最小二乘法, 利用二次回归公式或线性回归公式, 得到校准标准溶液中铅含量与 x 射线强度之间的关系, 如式 (1) 所示:

$$W_{Pb} = aI_{Pb}^2 + bI_{Pb} + c \dots\dots\dots(1)$$

式中:

W_{Pb} ——铅含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

I_{Pb} ——铅的 x 射线强度;

a 、 b 、 c ——系数 (在线性函数情况下, $a=0$)。

8 程序

8.1 称取样品 m_0 (mg) 在 105 °C 烘箱 (5.3) 中干燥, 直至质量恒定 m_l (mg)。

8.2 样品准备: 用分析天平 (5.2) 称量从坩埚 (5.4) 中取出的干燥样品 m (mg) (如 1 g), 并用硝酸 (6.2) 分别消化三次。

8.3 随着微波技术的快速发展, 微波消解有可能获得待测物的等分试样, 请参考制造商推荐的指导说明书 (选项)。

8.4 过滤等分溶液并将三等分溶液在 100.0 ml 容量瓶 (5.5) 中混合, 用蒸馏水稀释至刻度。

8.5 打开 ICP 仪器 (5.1), 待仪器热稳定后再使用。

8.6 按照制造商的操作手册进行波长校准或火炬校准。

8.7 在分析模式下选择以下元素和波长：Pb 220.353 nm，另一个：Pb 21700 nm 可用于确保分析过程中不会发生光谱干扰。

8.8 使用空白校准溶液和至少 3 种校准标准溶液进行校准。用于分析时，至少每天进行一次校准或每次设置仪器时进行校准。每次测试标准溶液的结果应在真实值 5% 以内，如果不在此范围内，则需要重新校准。

8.9 校准后立即分析样品溶液，Pb 的分析值 c_1 应在预期值的 $\pm 10\%$ 以内；如果 Pb 的分析值超出 $\pm 10\%$ 范围，则需要通过改变样品量或校准浓度范围来重新校准。

8.10 每批样品应至少分析一种认证参考物质 (CRM)。CRM 应具有已知的铅含量，且材质与测试样品相似。分析回收率应在预期值的 $\pm 15\%$ 以内，如果超出此范围，那么在继续分析之前，应查明问题的根源并加以解决。

8.11 稀释任何 Pb 浓度值超过最高校准标准溶液浓度 1.5 倍的样品，重新分析，测定 Pb 含量。

8.12 在整个样品制备和仪器校准过程中，用 $0.00 \mu\text{g}/\text{ml}$ 校准标准溶液测试空白浓度 c_0 ；总铅浓度 $c_{\text{Pb,tot}}$ 计算如式(2)所示，单位为 mg/kg ：

$$c_{\text{Pb,tot}} = 0.1(c_1 - c_0)V_d/m[1 - (m_0 - m_1)/m_0] \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——检测到的 Pb 浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$) (c_1 为样品溶液， c_0 为空白溶液)；

d ——稀释体积 (ml)；

m ——消化后干燥样品的质量 (mg)；浓度可以在考虑当前湿度的情况下计算。

9 准确度与精密度

9.1 该检测方法的准确性和精密度可在研究实验室间对照参考样品的基础上进一步提高，根据其他适用的实验数据，10% 的相对标准偏差和 90% 的回收率是可以接受的。

9.2 如果铝 (Al) 的含量超过 1% (重量)，可能会对 Pb 测定产生干扰。一旦出现实验室间相关性，可接受的数据将有待确认。

10 检测报告

检测报告应包括但不限于以下信息：

- a) 检测单位 (实验室) 的名称和地址；
- b) 报告签发日期；
- c) 检测标准依据，如 GB/T XXXXX-5:202X；
- d) 样品的必要说明以及如何根据 GB/T XXXXX-1 获得样品；
- e) 检测结果；
- f) 执行检测时发生的任何异常。