



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX.6—202X

## 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第6部分： 粒度小于40 $\mu$ m 锆含量的测定 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 6: Zirconium with a particle size of less than 40  $\mu$ m by Inductively Coupled  
Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES)

本稿完成时间：2024-03-20

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 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 试剂 .....	1
6 仪器 .....	2
7 准备工作 .....	错误! 未定义书签。
8 分析 .....	2
9 检测报告 .....	3
附 录 A .....	5

## 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。

本文件等同采用国际标准《烟花 特定化学物质检测方法 第6部分：电感耦合等离子原子发射光谱法(ICP-OES)测定粒径小于40  $\mu\text{m}$ 的铅含量》(ISO 22863.6-2020)。

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：中华人民共和国长沙海关技术中心。

本文件主要起草人：江资成、贺鹏、刘正华、彭丁、陈丽丽、张烨。

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 $\mu\text{m}$ 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6部分：粒度小于40 $\mu\text{m}$ 锆含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

## 1 范围

本文件规定了通过特定显色反应和电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定烟火制剂中粒径小于40 $\mu\text{m}$ 的锆的存在和含量的定性和定量分析方法，最低检出限为100 mg/kg。

## 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.1 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

盐酸、硝酸、氢氟酸和高氯酸分解样品（如果被测样品的成分不含钛，则无需使用氢氟酸），加热高氯酸蒸发去除氟离子。锆的定性分析通过锆离子在强酸性溶液中与偶氮胂-III进行特异显色反应检测锆的存在。锆的定量分析通过电感耦合等离子体发射光谱法测定锆的含量。

## 5 试剂

除非另有说明，应使用分析纯试剂、蒸馏水或去离子水或同等纯度的水。

- 5.1 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/ml}$ )。
- 5.2 稀盐酸(1 + 1, 体积比)。
- 5.3 硝酸( $\rho=1.42\text{ g/ml}$ )。
- 5.4 氢氟酸( $\rho=1.15\text{ g/ml}$ )。
- 5.5 高氯酸( $\rho=1.67\text{ g/ml}$ )。
- 5.6 稀硝酸(1+1, 体积比)。
- 5.7 稀硝酸(1+19, 体积比)。
- 5.8 酒石酸溶液(20g 酒石酸溶于 100ml 水中)。
- 5.9 尿素溶液(5g 尿素溶于 100ml 水中)。
- 5.10 偶氮胂-III 溶液(0.1 克偶氮胂-III 溶于 100ml 水中)。
- 5.11 锆标准溶液(1000  $\mu\text{g/ml}$ )。

#### 5.12 铅标准稀释溶液(100 μg/ml):

将 1000ml 铅标准溶液(5.11)倒入 100ml 烧瓶中, 加入稀硝酸(5.7)至刻度, 混匀。

### 6 仪器

6.1 电感耦合等离子体发射分光光度计: 操作条件应遵循制造商的说明。

6.2 分析天平: 精度 0.1mg。

6.3 电热板: 可达 500℃。

6.4 石英烧杯: 250ml。

6.5 容量瓶: 容量 100ml。

6.6 试管。

### 7 样品准备

按 GB/T XXXXX.1 所述, 从烟花中提取烟火药, 取粒径小于 40 μm 的烟火药备用。

### 8 分析

#### 8.1 概述

分析过程从步骤 8.2 开始。如定性分析结果为阴性(-), 则判定样品中不含铅。否则, 继续步骤 8.3 的定量分析程序, 以确定铅的含量。在适当的情况下, 也可以省略步骤 8.2 的定性分析, 直接按步骤 8.3 进行定量分析。

#### 8.2 定性分析

##### 8.2.1 样本量

使用分析天平(6.2)取约 0.2g 样品。

##### 8.2.2 样品处理

将样品(8.2.1)置于石英烧杯(6.4)中, 用少量蒸馏水或去离子水浸湿, 滴加稀释盐酸(5.2), 直至剧烈反应完成后, 再加入 20 ml~25 ml 盐酸(5.1)、5 ml 硝酸(5.3)、1 ml~2ml 氢氟酸(5.4), 混合, 在电热板(6.3)上低温(如 100-110℃)加热约 15 分钟。加入 10ml 高氯酸(5.4), 加入 15ml 硝酸(5.3), 加热至开始蒸发(散发蒸汽)。待溶液清澈后冷却, 用少量水冲洗烧杯内壁在溶液表面以上, 然后继续加热至沸腾(注意不要覆盖烧杯表面), 在电热板(6.3)上蒸至近干。冷却, 往烧杯中加入 15 毫升酒石酸溶液(5.8)。加热溶液使盐溶解, 然后再次冷却。

##### 8.2.3 测试

将 0.5 ml 溶液(8.2.2)放入试管(6.6)中, 加入 2 ml 稀硝酸(5.6), 5-6 滴尿素溶液(5.9), 摇匀。5 分钟后, 加入 5 滴偶氮胂-III 溶液(5.10), 混合。15~20 分钟后观察溶液颜色。如果溶液不变蓝, 则判定样品不含铅, 结果为阴性(-); 否则判定样品中存在铅, 结果为阳性(+)

#### 8.3 定量分析

##### 8.3.1 样本量

用分析天平(6.2)取0.2 g样品2份。

### 8.3.2 一般要求

称量2个样品测试,为校正误差,应用无铅的溶液进行试剂空白试验。

### 8.3.3 试验程序

#### 8.3.3.1 消解过程

将样品(8.3.1)放入石英烧杯(6.4)中,少量水浸湿,滴加稀盐酸(5.2),直至剧烈反应完成,加入20 ml~25 ml 盐酸(5.1)、5 ml 硝酸(5.3)、1 ml~2 ml 氢氟酸(5.4),混合,在电热板(6.3)上低温(如100-110℃)加热约15min。加入10ml 高氯酸(5.4)、15ml 硝酸(5.3),加热至开始蒸发,待溶液澄清后冷却,少量水冲洗杯壁,在电热板(6.3)上蒸至近干。冷却,在烧杯中加入10毫升稀硝酸(5.6),加热使盐溶解,冷却,将溶液转移至100ml 容量瓶(6.5)中,用水稀释至刻度制得样品溶液。

#### 8.3.3.2 标准曲线

用铅标准稀释溶液(5.12)制备一套标准样品,铅的浓度分别为0.02, 0.5, 1.0, 2.0, 5.0 和 10.0 μg/ml。移取适当体积的铅标准稀释溶液(5.12)于一组100ml 容量瓶(6.5)中,用稀硝酸(5.7)稀释至刻度。铅测试波长设置为343.823 nm:用电感耦合等离子体发射分光光度计(6.1)绘制校准曲线。

#### 8.3.3.3 测量

根据分光光度计(6.1)的使用说明,将其设置到优化的工作条件下,根据制造商的说明进行测试并记录测量结果。如果样品溶液铅含量超出校准曲线,应将样品溶液(8.3.3.1)稀释到适当浓度再测量。用浓度为0μg/ml的铅溶液进行空白试验(见8.3.2)

### 8.3.4 计算

使用公式(1)计算2个样品的铅含量:

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot f}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X$ ——样品中铅的含量,单位: mg/kg;
- $C$ ——样品溶液测量的铅浓度,单位: μg/ml;
- $C_0$ ——空白试验测量的铅浓度,单位: μg/ml;
- $V$ ——样品溶液体积,单位: ml;
- $f$ ——样品溶液的稀释倍数;
- $m$ ——样品的质量,单位: g。

### 8.3.5 准确性

平行样品测量结果的绝对差值不得超过其算术平均值的10%,否则,适当增加样品质量测试,或采用更高精度的标准加入法(见附件A)。

## 9 检测报告

检测报告至少应包括以下信息：

- a) 检测实验室名称和地址；
- b) 报告日期；
- c) 参考本文件，即 GB/T XXXX. 6—XXXX；
- d) 根据 GB/T XXXX. 1 对样品信息及其样本准备方式的必要描述；
- e) 定性分析和定量分析的识别；
- f) 分析结果；
- g) 执行测试时发生的任何异常。

## 附录 A（资料性）

## 标准加入法

## A.1 总则

本法用于消除样品溶液中可能影响测试的其他金属离子造成的基体效应。

## A.2 样本量

用分析天平（6.2）取 0.5 g 样品 2 份。

## A.3 一般要求

称量 2 个样品测试，为校正误差，用无铅的溶液进行试剂空白试验。

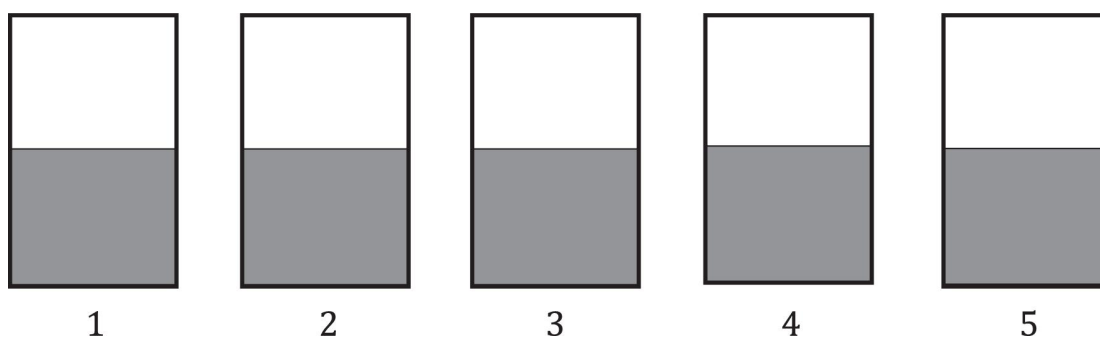
## A.4 测试程序

## A.4.1 消解过程

按（8.3.3.1）所述处理样品，并按（A.4.2）和（A.4.3）进行稀释和测试。因样本量更大，消解时应适当增加每种酸的加入量。

## A.4.2 消化样品溶液的稀释

A.4.2.1 取 1 组（5 个）100ml 容量瓶，各加入 10ml 消化定容后的样品溶液，编号分别为 Nr1、Nr2、Nr3、Nr4 和 Nr5，见图 A.1 所示。



图例：1, Nr1； 2, Nr2； 3, Nr3； 4, Nr4； 5, Nr5

图 A.1 5 份样品溶液示意图

A.4.2.2 移取浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{l}$  铅标准稀释液（5.12）于 100ml 容量瓶中，加入稀硝酸（5.7）至刻度，混匀得浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{l}$  的铅标准溶液。移取 10ml 浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{l}$  的铅标准溶液加入 Nr2 瓶中。依此，Nr3 瓶中 20 ml，Nr4 瓶中 30 ml，Nr5 瓶中 40 ml，见图 A.2 所示。



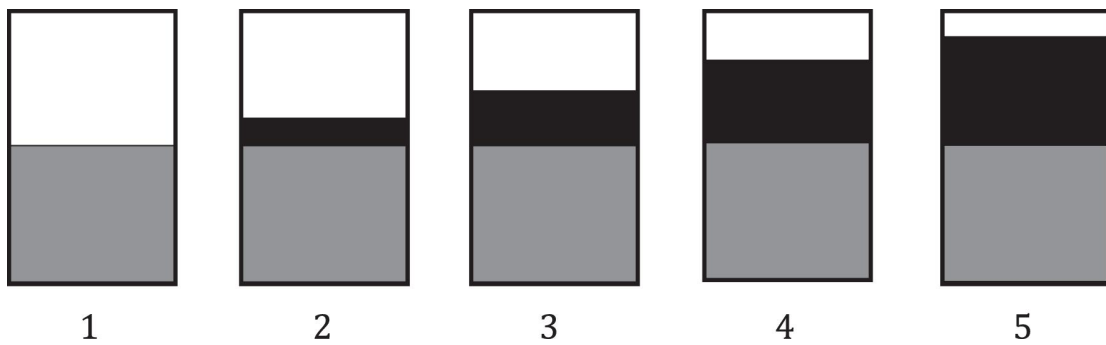


图 A.2 5 份加标后样品溶液示意图

A. 4. 2.3 用水将 1 到 5 个容量瓶定容，摇匀。见图 A. 3 所示。

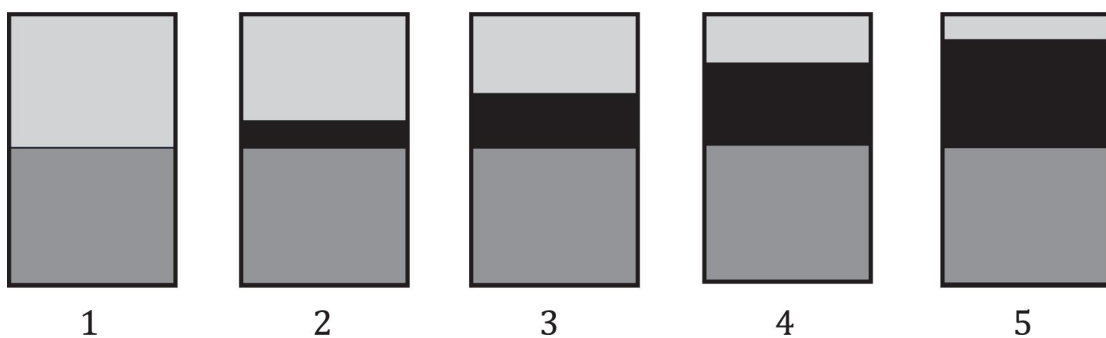


图 A.3 5 份定容后溶液示意图

#### A. 4. 3 测量

根据分光光度计(6.1)的使用说明，将其设置到优化的工作条件下。

根据制造商的说明进行测试，并记录 Nr1 到 5 的吸光度。

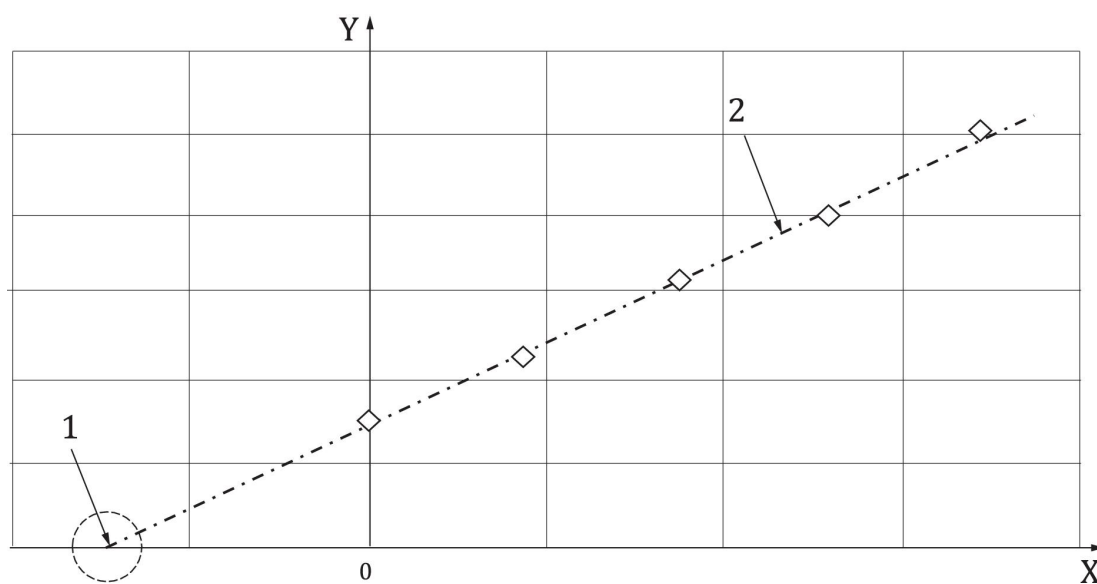
#### A. 5 计算

计算每个瓶中加入  $10\mu\text{g}/\text{l}$  铅稀释溶液的浓度（图 A. 4 记录了添加了  $10\mu\text{g}/\text{l}$  的铅稀释溶液的计算浓度及相应吸光度）。求得线性回归方程（目前可用的大多数电子表格软件都具有这种功能）。利用线性回归方程，计算回归线与 x 轴的交点。该值表示 Nr1 的浓度，乘以 10 以得到消化样品溶液的实际浓度 C。用式(A. 1)计算样品的铅含量：

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot f}{m} \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中：

- X——样品的铅含量，单位：mg/kg；
- C——样品溶液中铅的浓度，单位： $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；
- $C_0$ ——空白溶液中铅的浓度，单位： $\mu\text{g}/\text{ml}$ ；
- V——样品溶液的体积，单位：ml；
- f——样品溶液的稀释倍数；
- m——样品的质量，单位：g。



图例：X轴，铅溶液浓度

Y轴，吸光度

1，1号容量瓶铅浓度

2，回归曲线

图 A. 4：线性回归方程示意图

#### A. 6 准确性

按本法测试 2 个平行样。两个测量结果的绝对差值不得超过其算术平均值的 10%。如结果超过上述精度，则应恢复测试，可增加样品质量或加入的样品溶液体积，或减少在每个烧瓶中添加的 100g/l 的稀释铅溶液。

注：测量误差很大程度上取决于消化样品溶液和每个容量瓶中 100g/l 铅稀释溶液的浓度。当待测浓度与加入的铅稀释溶液的浓度相同数量级时，得到的结果最好。