

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8部分：砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances —
Part 8: Arsenic content by hydride generation atomic fluorescence spectrometry

(ISO 22863-8:2021)

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
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 测试程序	2
8 准确性	3
9 其他	3
10 检测报告	3
附 录 A	4

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：黄茶香。

——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8部分：砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

本文件规定了氢化物发生-原子荧光光谱法测定烟火药中砷含量的方法。
本文件适用于烟花爆竹烟火药中砷含量的测定。

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-1 烟花爆竹-特定化学物质检测方法 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

样品在酸中加热溶解后，五价砷先在酸性介质中被硫脲还原为三价砷，然后与硼氢化钾反应生成挥发性氢化物(AsH_3)，再由载气(氙气)加载到原子荧光光度计中，氢化物经雾化器分解成原子砷。在砷空心阴极灯的照射下，发出特征波长的荧光，荧光强度与待测液体中的砷浓度成正比，并与标准溶液校正曲线进行定量比较测得浓度。

5 试剂

5.1 高氯酸：GR。

5.2 硝酸：GR。

5.3 硫脲：AR。

5.4 抗坏血酸：AR。

5.5 硼氢化钾：AR。

5.6 氢氧化钠：AR。

5.7 硝酸溶液(体积分数 5 %)：

用移液管取50 ml硝酸(5.2)，加水稀释至1000 ml。

5.8 硫脲(质量分数 5 %)-抗坏血酸(质量分数 5 %)混合溶液：

称取10.0 g硫脲(5.3)溶于水中，称取10.0 g抗坏血酸(5.4)加入硫脲水溶液中，用水稀释至200ml，应在使用前配制。

5.9 氢氧化钠溶液(质量分数 0.2 %)：

称1.0 g氢氧化钠(5.6)溶解在500 ml水中。

5.10 硼氢化钾溶液(质量分数 2 %)：

称1.0 g硼氢化钾(5.5)溶解在500 ml氢氧化钠溶液(5.9)中。

5.11 砷标准溶液(1000 mg/l)

5.12 砷标准溶液(1 μ g/ml)：

取100 μ L的砷标准溶液(5.11)，加硝酸溶液(5.7)稀释至100 ml，摇匀。

5.13 砷标准溶液工作曲线的配制：

分别移取0.0、0.1 ml、0.2 ml、0.5 ml、0.7 ml、1.0 ml的砷标准溶液(5.12)至100 ml容量瓶中，加入20 ml的硫脲(质量分数5 %)-抗坏血酸(质量分数5 %)混合溶液(5.8)，再加入硝酸溶液(5.7) 稀释100 ml摇匀，配的砷标准工作曲线的溶液浓度分别为0 μ g/l、0.1 μ g/l、2 μ g/l、5 μ g/l、7 μ g/l和10 μ g/l。

6 仪器

6.1 玛瑙研钵。

6.2 80 目标准样品筛。

6.3 加热板。

6.4 原子荧光光度计：装有砷空心阴极灯。

6.5 聚四氟乙烯带盖烧杯。

6.6 容积瓶：100 ml 和 50 ml。

6.7 分析天平：精确到 0.0001 g。

7 测试程序

7.1 样品的预处理、消解和待测溶液的制备

7.1.1 先将试剂在玛瑙研钵(6.1)中研磨，再用标准样品筛(6.2)过筛，然后用分析天平(6.7)称 0.2 g 过筛后的样品，置于 50 ml 聚四氟乙烯带盖烧杯(6.5)中。加 2 ml 水，摇匀湿润，然后加入 5 ml 硝酸(5.2)和 15 ml 高氯酸(5.1)。摇匀静置片刻后，盖上烧杯盖，在 210 $^{\circ}$ C 加热板(6.3)上加热至样品完全溶解，变成透明淡黄色时，取下盖子，加热溶液蒸发至 1ml~2 ml，冷却至室温。

7.1.2 将溶液转移到 50 ml 容量瓶(6.6)中，加入 10 ml 硫脲(质量分数 5 %)-抗坏血酸(质量分数 5 %)混合溶液(5.8)，用硝酸溶液(5.7)稀释至 50 ml。混匀，用滤纸过滤溶液，然后将其放置在原子荧光光度计(6.4)上进行测试。

7.1.3 将 2ml 水与 5ml 硝酸(5.2)和 15 ml 高氯酸(5.1)混合制备空白测试溶液，并将溶液加热至蒸发 1ml~2 ml (与样品溶液的体积相同)。

7.1.4 将空白测试溶液转移到 50ml 容积瓶(6.6)中，加入 10 ml 硫脲(质量分数 5 %)-抗坏血酸(质量分数 5 %)混合溶液(5.8)，用硝酸溶液(5.7)稀释至 50 ml。混匀，用滤纸过滤溶液，然后将其放在原子荧光光度计(6.4)上进行空白测试。

7.2 测试条件

7.2.1 原子荧光光谱仪(6.4)的操作条件应设置适当，以获得最佳性能。

例如，原子荧光光度计设置如下条件：

负高压/电压：270 V；灯电流：60 mA；炉高：8 mm；载气流量：500 ml/min；屏蔽器流量：1000 ml/min；
读取方式：峰值面积；测量方法：标准曲线法。

7.2.2 仪器精度要求：对空白测试溶液多次测量荧光强度极差 ≤ 5 。

7.3 计算

7.3.1 用公式(1)计算样品中砷的浓度：

$$W(As) = \frac{50(p - p_0)}{1000 m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$W(As)$ ——样品中砷的含量，单位：mg/kg 或 $\mu\text{g/g}$ ；

P ——原子荧光光度计测得样品溶液浓度，单位： $\mu\text{g/L}$ ；

P_0 ——原子荧光光度计测得空白溶液浓度，单位： $\mu\text{g/L}$ ；

m ——样品的质量，单位：g

7.3.2 计算结果保留两位有效数字。

8 准确性

8.1 在重复性条件下获得两次独立测定值之间的绝对差值不应超过算术平均值的 20 %。

8.2 使用标准加入法可提高精度(见附件 A)

9 其他

当样品为 0.2 g，定容体积为 50 ml 时，方法检出限(LOD)为 0.01 mg/kg，定量限(LOQ)为 0.3 mg/kg。

10 检测报告

检测报告应至少包括以下信息：

- a) 检测单位(实验室)名称和地址；
- b) 签发日期；
- c) 检测标准依据；
- 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) 在执行检测时发生的任何异常。

附录 A (资料性) 标准加入法

A.1 总则

A.1.1 第二种方法消除了消解过程中产生的“基体”效应。在消解过程中可能产生对砷化合物有影响的其他化合物，并保留在被消解的待测样品溶液中，这些离子很可能会产生光谱干扰。

A.1.2 消除基体效应可以提高测量的准确性。

A.2 取样

用分析天平(6.7)称取 0.5 g 样品，另取平行样一份。

A.3 一般要求

A.3.1 平行样品的分析应立即一个接一个进行。

A.3.2 为了校正误差，空白试验应与无砷空白溶液平行进行。

A.4 测试程序

A.4.1 消解过程

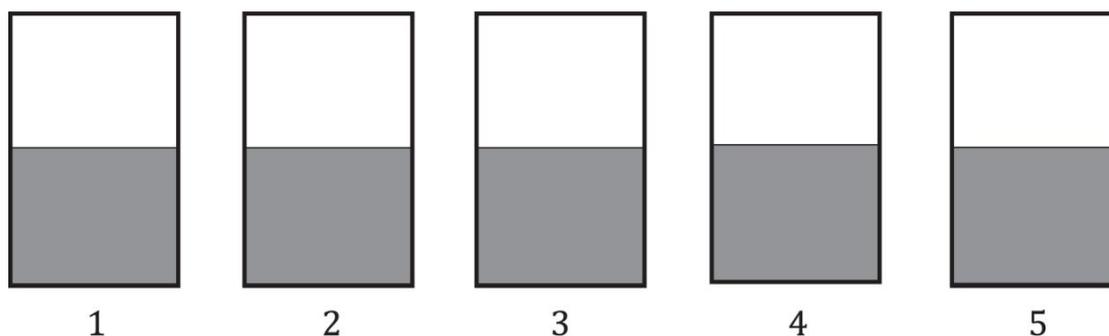
A.4.1.1 应执行与(7.1)相同消解过程，以获得消解后的样品溶液，并根据(A.4.2)至(A.4.4)进行稀释和测试。

A.4.1.2 考虑到(A.2)中称取较大样本量，上述每种酸的用量应乘以 2.5。

A.4.2 消解样品溶液的稀释

A.4.2.1 取砷标准稀释溶液(5.13)稀释至 100 ml 配制成 10.0 $\mu\text{g/L}$ 。

A.4.2.2 每组 100 ml 烧瓶中倒入 50 ml 消解后样品溶液，烧瓶编号从 1 到 5。



- 1——Nr1
2——Nr2
3——Nr3
4——Nr4
5——Nr5

A.4.2.3 小心将 10 ml 上述 10.0 $\mu\text{g/L}$ 砷溶液倒入 Nr2 瓶中，同样的溶液倒入 Nr3 瓶中 20 ml，Nr4 瓶中 30 ml，Nr5 瓶中 40 ml。



1

2

3

4

5

1——Nr1

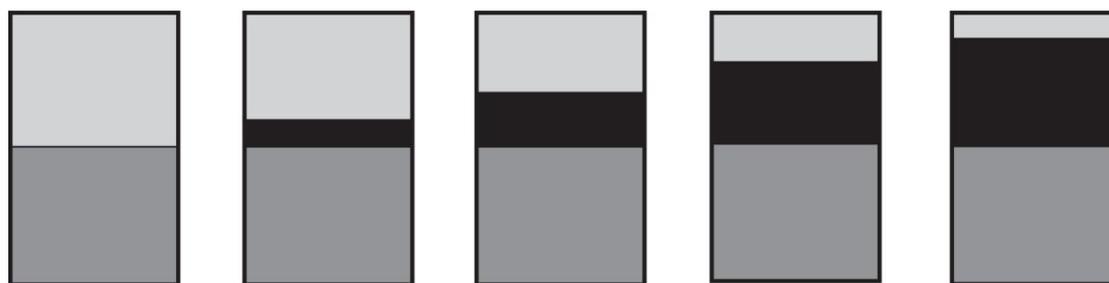
2——Nr2

3——Nr3

4——Nr4

5——Nr5

A. 4. 2. 4 在 1 到 5 个烧瓶中加水至 100 ml，搅拌均匀。



1

2

3

4

5

1——Nr1

2——Nr2

3——Nr3

4——Nr4

5——Nr5

A. 4. 2. 5 每个烧瓶中消解后样品溶液和 10.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 稀释溶液的移取配制应在最佳实验室条件下操作，尽量准确。

A. 4. 3 测量

A. 4. 3. 1 根据原子荧光光度计(6. 4)的使用说明，将其设置到优化的工作条件下。

A. 4. 3. 2 根据使用说明进行测试，并记录 Nr1 到 Nr5 的每个烧瓶溶液的吸光度。

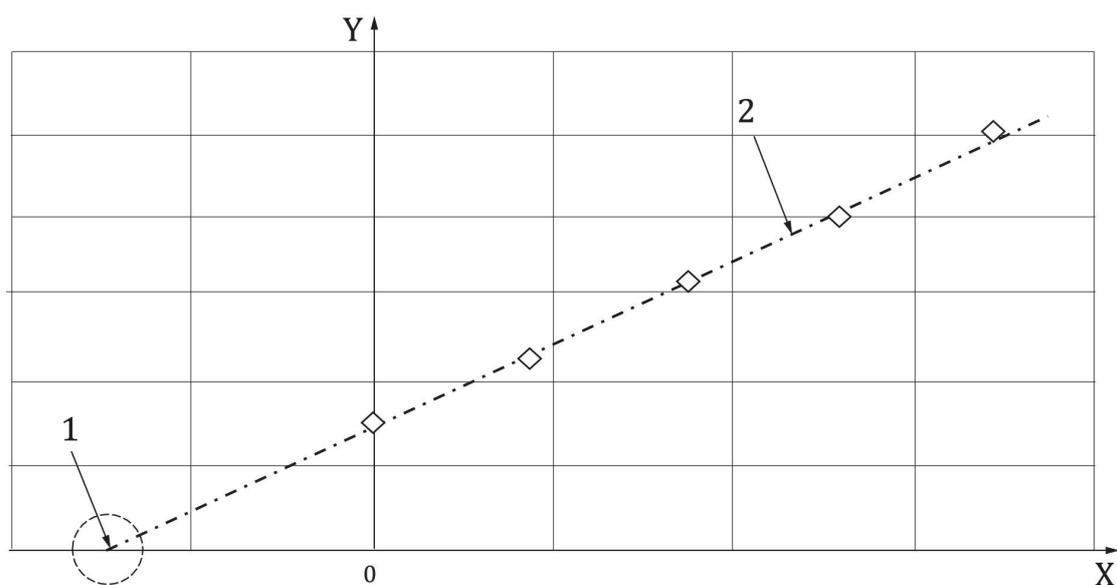
A. 5 计算

A. 5. 1. 1 计算每个烧瓶中加入 10 $\mu\text{g}/\text{l}$ 砷稀释溶液后的浓度。

A. 5. 1. 2 绘制吸光度与计算的加入 10 $\mu\text{g}/\text{l}$ 砷稀释溶液浓度的对应关系图，所画的点应该近似对齐。

A. 5. 1. 3 拟合离所有点最近的回归线方程，目前大多数电子表格软件都具有这种功能。

A. 5. 1. 4 利用回归线方程，计算回归线与 x 轴的交点，该值表示烧瓶 Nr1 的浓度，应乘以 2 以得到消解后样品溶液的实际浓度 C。



X——浓度为 10 μg/L 的汞稀释溶液

Y——吸光度

1——要记录的值

2——回归线

A. 5. 1. 5 用式(A. 1)计算样品的砷含量:

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

式中:

X——样品砷含量, 单位: mg/kg;

C——样品溶液中砷浓度, 单位: μg/ml;

C₀——空白溶液中砷浓度, 单位: μg/ml;

V——样品溶液的体积, 单位: ml;

f——样品溶液的稀释倍数;

m——样品质量, 单位: g。

A. 6 准确性

A. 6. 1 该方法将用第二个样品重复。两个测量结果的绝对差值不得超过其算术平均值的 10 %。

A. 6. 2 如果结果超过上述精度, 则应重复测试, 可能需要增加样品质量, 或减少在每个烧瓶中加入 10. 0 g/l 砷稀释溶液的量。

A. 6. 3 应该记住的是, 减少测量误差很大程度上取决于添加消解后样品溶液和每个烧瓶中 10. 0 g/L 砷稀释溶液量的准确性, 当待测浓度与加入的砷稀释溶液的浓度相同数量级时, 得到的结果最好。