

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0838.4—2015

代替 SN/T 0838.4—1999

进出口硼酸和硼砂中锰含量测定方法 火焰原子吸收分光光度法

Determination of manganese in boric acid and borax for import and export—
Flame atomic absorption spectrometry

2015-05-26 发布

2016-01-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

SN/T 0838 共分为 5 个部分：

- SN/T 0838.1—2015 进出口硼酸和硼砂中铬含量测定方法 火焰原子吸收分光光度法；
- SN/T 0838.2—2015 进出口硼酸和硼砂中钴含量测定方法 火焰原子吸收分光光度法；
- SN/T 0838.3—2015 进出口硼酸和硼砂中镍含量测定方法 火焰原子吸收分光光度法；
- SN/T 0838.4—2015 进出口硼酸和硼砂中锰含量测定方法 火焰原子吸收分光光度法；
- SN/T 0838.5—2015 进出口硼酸和硼砂中铜含量测定方法 火焰原子吸收分光光度法。

本部分为 SN/T 0838 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 0838.4—1999《出口硼酸和硼砂 锰含量的测定》。本部分与 SN/T 0838.4—1999 相比，主要技术变化如下：

- 增加了火焰原子吸收分光光度法；
- 删除了规范性引用文件中关于采样的标准；
- 删除了“3.4 采样”部分。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：芦春梅、宋翱、胡婷婷、李竹岩、韩大川、赵庆松、李墨湜、杨帆。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 0838.4—1999。

进出口硼酸和硼砂中锰含量测定方法 火焰原子吸收分光光度法

1 范围

SN/T 0838 的本部分规定了火焰原子吸收分光光度法测定硼酸和硼砂中锰含量的方法。

本部分适用于进出口硼酸和硼砂中锰含量的测定,测定范围为 1.00 mg/kg~75.00 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样经 3% 盐酸于沸水浴中溶解后,在盐酸介质中,用原子吸收分光光度计在波长 279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰测定锰的吸光度。

4 试剂和材料

除另有说明外,仅使用确认为优级纯或经过蒸酸系统处理过的化学试剂,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2 3% 盐酸溶液:取适量盐酸(4.1)和水按体积比 3:97 进行混匀。

4.3 锰标准储备液:浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$,使用市售有证锰元素标准溶液。

4.4 锰标准工作液:准确移取适量的锰标准储备液(4.3),用 3% 盐酸溶液(4.2)逐级稀释,使溶液浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器和设备

5.1 原子吸收分光光度计:配备钴元素空心阴极灯,工作条件参见附录 A。

5.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.3 容量瓶:50 mL、100 mL。

5.4 试管:25 mL。

5.5 移液管:1 mL、5 mL、10 mL。

6 测定步骤

6.1 空白试验

随同试样做空白试验。

6.2 试样处理

称取样品 2.0 g(精确至 0.1 mg)于试管中,加入 15 mL 3% 盐酸溶液(4.2)于沸水浴中加热 30 min,冷却至室温,溶液直接转移到 50 mL 容量瓶中,用 3% 盐酸溶液(4.2)冲洗试管 3~5 次,合并至母液中,用 3% 盐酸溶液(4.2)定容至刻度,待测。

6.3 标准工作曲线制作

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 锰标准工作液(4.4),分别置于 100 mL 容量瓶中,用 3% 盐酸溶液(4.2)稀释至刻度。以吸光度为纵坐标,以锰浓度为横坐标绘制标准曲线。

6.4 测定

按仪器使用条件(参见附录 A),待仪器稳定后,将上述待测试液(6.2)和试剂空白液(6.1)在波长 279.5 nm 处,以空气-乙炔火焰进行测定,在标准工作曲线上查出相应的锰浓度。若测定结果超出校准曲线的浓度范围,应将试液稀释,再进行测定。

7 结果计算

7.1 锰含量按式(1)计算,以 X 表示:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X ——试样中锰含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——试样的测试溶液中锰的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c_0 ——试剂空白液中锰的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——测定时的试液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.2 取两次独立测定结果的算术平均值作为最终结果,结果保留 4 位有效数字。

8 精密度

8.1 再现性按式(2)计算,以 R 表示:

$$\lg R = 0.763 + 1.270 \times \lg m \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- R ——再现性;
- m ——被测物质的标定值。

8.2 重复性按式(3)计算,以 r 表示:

$$\lg r = 0.756 + 1.199 \times \lg m \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- r ——重复性;
- m ——被测物质的标定值。

附 录 A
(资料性附录)

火焰原子吸收分光光度仪仪器参数及使用条件¹⁾

火焰原子吸收分光光度仪仪器参数及使用条件见表 A.1。

表 A.1 火焰原子吸收分光光度仪仪器参数及使用条件

仪器参数	工作条件
波长/nm	279.5
灯电流/mA	7.0
燃烧头高度/mm	6.0
狭缝宽度/nm	0.2
燃气流量/(L/h)	60
雾化率/(mL/min)	5.0

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在 ZENNIT700 型原子吸收分光光度仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口硼酸和硼砂中锰含量测定方法
火焰原子吸收分光光度法

SN/T 0838.4—2015

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2016 年 1 月第一版 2016 年 1 月第一次印刷
印数 1—1 100

*

书号: 155066 • 2-29490 定价 14.00 元



SN/T 0838.4—2015