SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0945--2000

进出口氟石粉中钾、钠、镁的测定方法

Method for the determination of potassium、sodium and magenesium in fluorspar powder for import and export

2000-09-15 发布　　2000-12-31 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局　发布

前　言

本标准按照GB/T 1.1—1993《标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表述规则　第1部分：标准编写的基本规定》的要求编写。

近年来，外商对我国出口氟石粉品质检验的要求逐年提高，国家标准GB/T 5195.1～5195.9—1985《氟石化学分析方法》所列指标已不能满足进口国的需要。本标准在参考国内外有关文献的基础上，采用原子吸收光谱法在同一体系中连续测定氟石粉中钾、钠、镁，以标准加入法定量，提高了方法的准确度和精密度。

本标准的附录A是提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：马高法、孙长林、王军法。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

进出口氟石粉中钾、钠、镁的测定方法

SN/T 0945—2000

Method for the determination of potassium、sodium and magenesium in fluorspar powder for import and export

1 范围

本标准规定了进出口氟石粉中钾、钠、镁含量的原子吸收分光光度测定方法。

本标准适用于进出口氟石粉中钾、钠、镁含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

YB/T 5143—1993 氟石精矿

3 取制样方法

取样和制样按 YB/T 5143 中规定进行。

注

1 试样应通过 0.071 mm 的筛孔。

2 试样应在 105℃±5℃烘 1 h 后置于干燥器中，冷却至室温。

4 测定方法

4.1 方法提要

在氢氟酸-硼酸-高氯酸体系中溶解试样，在氯化锶存在下，用空气-乙炔火焰原子吸收分光光度法于波长 766.5 nm、599.0 nm、285.2 nm 连续测定试样中的钾、钠、镁，以标准加入法定量。

4.2 试剂

所用试剂除特殊注明者外，均为分析纯。所用水应符合 GB/T 6682 规定。

4.2.1 氢氟酸(优级纯，ρ=1.14 g/mL)。

4.2.2 高氯酸(优级纯，20%)。

4.2.3 硝酸(ρ=1.42 g/mL)。

4.2.4 硝酸(1+1)。

4.2.5 盐酸(1+1)。

4.2.6 硼酸。

4.2.7 氯化锶溶液(30 mg/mL)。

4.2.8 钾、钠、镁混合标准贮备溶液(0.5 mg 钾/mL、0.4 mg 钠/mL、0.1 mg 镁/mL)

准确称取于 110℃烘干的氯化钾(KCl，优级纯)0.953 5 g，溶于水；称取于 140℃烘干的氯化钠(NaCl，优级纯)1.016 8 g，溶于水；称取经稀盐酸(5%)和乙醇处理后的镁条(99.99%)0.100 0 g 于

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 2000-09-15 批准　　2000-12-31 实施

150 mL烧杯中，加入 10 mL 盐酸(4.2.5)溶解。

混合上述三种溶液于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀贮于塑料瓶中。

4.2.9 钾、钠、镁混合标准溶液(50 μg/mL、40 μg/mL、10 μg/mL)

由钾、钠、镁混合标准贮备溶液(4.2.8)稀释 10 倍配制。

4.3 仪器

4.3.1 原子吸收分光光度计。

4.3.2 钾、钠、镁空心阴极灯。

4.3.3 聚四氟乙烯烧杯(50 mL)或铂金皿。

4.4 分析步骤

4.4.1 试样分解

称取试样 0.3 g～0.6 g(精确到 0.000 1 g)，置于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL 氢氟酸(4.2.1)，待试样完全溶解后，置于电热板上加热，缓缓蒸发至近干，取下冷却。随同试样做空白试验。

加数滴硝酸(4.2.3)湿润残液，再加入 0.5 g 硼酸(4.2.6)和 5 mL 高氯酸(4.2.2)，加热冒浓白烟至近干，取下，补加 3 mL 高氯酸(4.2.2)重复蒸干，取下稍冷。

加 2 mL 盐酸(4.2.5)及 20 mL～30 mL 热水溶解盐类，稍冷后移入 100 mL 容量瓶中，加入 4 mL 硝酸(4.2.4)及 8 mL 氯化锶溶液(4.2.7)，冷却至室温并以水稀释至刻度，摇匀待测。

4.4.2 测定

分别移取 15.0 mL 试样溶液(4.4.1)于一组 25 mL 容量瓶中，依次加入 0，0.50，1.00，2.00，3.00 mL钾、钠、镁混合标准溶液(4.2.9)，以水稀释至刻度，摇匀。

以空白试剂调零，用空气-乙炔火焰原子吸收光谱法测定，仪器参数见附录 A(提示的附录)。

以吸光度(A)为纵坐标，相应的钾、钠、镁量(μg)为横坐标，分别绘制出钾、钠、镁的工作曲线。

5 分析结果的表述

按式(1)计算钾、钠、镁的百分含量：

$$X(\%) = \frac{m_0}{m \times V_0/V \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：X——样品中待测元素的百分含量，%；

V_0——试样溶液分取体积，mL；

V——试样溶液的体积，mL；

m_0——自工作曲线上查得的待测元素质量，μg；

m——试样质量，mg。

6 精密度

本方法中的试验重复性 r、再现性 R 和水平值 X 见表 1。

表 1 精密度

测试元素	水平值 X	重复性 r	再现性 R
钾	0.01	0.003	0.004
钠	0.02	0.004	0.04
镁	0.004	0.002	0.003

附 录 A

（提示的附录）

选用日立 Z-8000 原子吸收分光光度计的仪器参数

表 A1 仪器参数

元素	波长 nm	灯电流 mA	燃烧器高度 mm	光谱通带 nm	助燃比	
					空气，kg/cm^2	乙炔，kg/cm^2
钾	766.5	5	8	0.4	1.6	0.35
钠	599.0	5	6	0.4	1.6	0.30
镁	285.2	5	6	0.4	1.6	0.30

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准

进出口氟石粉中钾、钠、镁的测定方法

SN/T 0945—2000

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
电　　话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
版权专有　不得翻印
*

开本 880×1230　1/16　印张 1/2　字数 6 千字
2001 年 1 月第一版　2001 年 1 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号：155066・2-13491　定价 6.00 元