

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2297.1—2009

### 进出口石膏及石膏制品化学分析方法 第1部分：锶含量的测定

Chemical analysis methods of gypsum and  
gypsum products for import and export—  
Part 1: Determination of strontium content

2009-07-07 发布

2010-01-16 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 2297《进出口石膏及石膏制品化学分析方法》系列标准共分为 4 部分：

- 第 1 部分：锶含量的测定；
- 第 2 部分：有机物的测定；
- 第 3 部分：硫化物含量的测定；
- 第 4 部分：可挥发含硫化合物的测定。

本部分为 SN/T 2297《进出口石膏及石膏制品化学分析方法》系列标准的第 1 部分。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国福建出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院、中国出入境检验检疫协会、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：刘绍从、贾晓川、赵琢、周新、张姝、阳焰、魏红兵、梁鸣、卢志刚、孙书军、丁宇、韩伟。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 进出口石膏及石膏制品化学分析方法

## 第 1 部分: 锶含量的测定

### 1 范围

SN/T 2297 的本部分规定了电感耦合等离子原子发射光谱(ICP-AES)、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)和火焰原子吸收光谱法(FAAS)测定石膏及石膏制品中锶含量的方法。

本部分适用于石膏及石膏制品中锶含量的检测。

### 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 620 氢氟酸

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9776 建筑石膏

### 3 术语与定义

GB/T 9776 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**建筑石膏** calcined gypsum

天然石膏或工业副产石膏经脱水处理制得的,以  $\beta$  半水硫酸钙( $\beta$ -CaSO<sub>4</sub> · 1/2H<sub>2</sub>O)为主要成分,不预加任何外加剂或添加物的粉状胶凝材料。

### 方法一 电感耦合等离子原子发射光谱法

### 4 方法提要

试样用适当的酸溶解,稀释至一定的体积,将试液喷入等离子体炬焰中,并以此做光源。在等离子体光谱仪相应的元素波长处,测量其光强度,从校准曲线上确定其含量。

### 5 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

5.2 盐酸(1+1)。

5.3 氢氟酸( $\rho$ 1.14 g/mL)。

5.4 高氯酸( $\rho$ 1.76 g/mL)。

5.5 硫酸钙(分析纯)。

5.6 铈标准溶液

5.6.1 单元素标准储备溶液:铈单元素标准溶液质量浓度为 500 mg/L。

5.6.2 系列标准溶液:分别称取 0.500 0 g 硫酸钙(5.5)作为基体,置于烧杯中,加入盐酸(5.2)20 mL,加热至沸腾,保持 10 min,冷却,转移至 100 mL 容量瓶中。将铈标准溶液移入上述容量瓶中,以水稀释至刻度,使铈元素浓度分别为 0,0.5 mg/L,1.0 mg/L,2.0 mg/L,5.0 mg/L,混匀备用。

## 6 试样

试样通过 0.2 mm 试验筛,于 100 °C~105 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 7 仪器和设备

电感耦合等离子体发射光谱仪可以是顺序式、多道式、全谱式。氩气纯度>99.9%,以提供稳定清澈的等离子炬焰,ICP-AES 仪器参数和工作条件参见附录 A。

## 8 校准曲线的绘制

设置仪器的最佳分析条件,调节仪器至最佳工作状态,测定校准系列溶液(5.6.2)中铈元素在分析线处的光谱强度。以铈的光谱强度为纵坐标,以铈的浓度为(mg/L)为横坐标绘制校准曲线。

## 9 分析步骤

### 9.1 试样处理

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g。将试样置于 250 mL 聚四氟烧杯中,加入硝酸(5.1)10 mL,氢氟酸(5.3)10 mL,加热至样品完全溶解,加入高氯酸(5.4)5 mL,加热至高氯酸烟冒出,冷却,稀释,过滤,转移至 100 mL 容量瓶中,以水定容,混匀。

### 9.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。

### 9.3 空白溶液

称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)硫酸钙代替试样,按试样处理步骤处理,配制空白溶液。

### 9.4 试样的测定

按照试验要求和仪器情况,设置仪器的最佳分析条件,调节仪器至最佳工作状态,点燃等离子炬 30 min 后,测定空白溶液和试样溶液中铈元素的光谱强度,从校准曲线上计算出铈元素的浓度。

## 10 结果计算

按式(1)计算铈的质量分数:

$$w(\%) = \frac{(c_x - c_0) \times 10^{-6} \times V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w$  —— 锶的质量分数, %;

$c_x$  —— 从校准曲线上查得的试样溶液中锶的浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

$c_0$  —— 从校准曲线上查得的空白溶液中锶的浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

$V$  —— 试样溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$m$  —— 试样的质量, 单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

在再现性条件下获得的两次独立结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

### 方法三 电感耦合等离子体质谱法

#### 11 方法提要

精确称量试样后加入硝酸, 在高温高压微波密闭消解, 稀释定容后进 ICP-MS 测定, 对照标准曲线得出锶元素含量。

#### 12 试剂和材料

除非另有说明, 所用试剂均为优级纯, 水为 GB/T 6682 规定的二级水。

12.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL, 68%)。

12.2 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL, 37%)。

12.3 过氧化氢( $\rho=1.10$  g/mL, 39%)。

12.4 氢氟酸(40%): 符合 GB/T 620。

12.5 锶标准溶液

12.5.1 单元素标准储备溶液: 锶单元素标准溶液质量浓度为 500 mg/L。

12.5.2 系列标准溶液: 将锶标准溶液分别移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释, 使锶元素浓度分别为 0, 0.5 mg/L, 1.0 mg/L, 2.0 mg/L, 5.0 mg/L, 混匀备用。

#### 13 试样

试样通过 0.2 mm 试验筛, 于 100 °C~105 °C 干燥 2 h, 置于干燥器中冷却至室温。

#### 14 仪器和设备

14.1 电感耦合等离子体质谱仪(仪器参数及使用条件参见附录 B)。

14.2 高温高压微波消解仪(仪器参数及使用条件参见附录 C)。

#### 15 校准曲线的绘制

在上述仪器条件下, ICP-MS 测定上述系列标准溶液(12.5.2)。选择线性模式, 以浓度(mg/L)为横坐标, 以信号强度为纵坐标, 绘制标准曲线。



16 分析步骤

16.1 试样处理

称取约 0.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,加入 10 mL 硝酸(12.1)(对于含难溶成分的石膏制品可先用 3 mL 氢氟酸(12.4)或 3 mL 盐酸(12.2)和 3 mL 过氧化氢(12.3)进行预处理),进微波消解仪消解。消解后的澄清溶液加水定容至 50 mL(对于加过氢氟酸的样品应补加 3 mL 硝酸)。

16.2 测定次数

独立的进行两次测定,取算术平均值。

16.3 空白试验

取 0.5 mL 水作为空白,平行试验。

16.4 试样的测定

按照试验要求和仪器情况,设置仪器的最佳分析条件,调节仪器至最佳工作状态。以试验用水做为空白,测定试样溶液中锶的质谱信号强度。从校准曲线上计算出锶的浓度。若测定结果超出标准曲线浓度范围可将样品适当稀释。

17 数据处理

按式(2)计算锶的质量分数:

$$w(\%) = \frac{(c_x - c_0) \times 10^{-6} \times V}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $w$  —— 锶的质量分数, %;
- $c_x$  —— 从校准曲线上查得的试样溶液中锶的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $c_0$  —— 从校准曲线上查得的空白溶液锶的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m$  —— 试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

在再现性条件下获得的两次独立结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

方法三 火焰原子吸收光谱法

18 方法提要

试样以氢氧化钠、碳酸钠熔融分解,水浸取过滤后,将碳酸锶沉淀制备成盐酸溶液。稀释后加入镧盐消除共存离子的干扰,使用乙炔空气火焰于火焰原子吸收光谱仪,测量吸光度,以标准曲线法求出锶含量。

## 19 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

19.1 氢氧化钠(颗粒状固体)。

19.2 无水碳酸钠(粉状固体)。

19.3 碳酸钠溶液(20 g/L)。

19.4 盐酸(1+1)。

19.5 盐酸(26%)。

19.6 盐酸(2.5%)。

19.7 镧溶液

称取 13.4 g 氯化镧( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )溶于 100 mL 盐酸(19.5)中,此溶液 1 mL 约含 50 mg 镧。

19.8 标准溶液:镱单元素标准溶液质量浓度:500 mg/L。

## 20 仪器

火焰原子吸收光谱仪。

## 21 试样

试样通过 0.2 mm 试验筛,于 100 °C~105 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 22 标准曲线的绘制

分别移取适量镱标准溶液(19.8)于一系列 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(19.4)和 2 mL 镧溶液(19.7),以水稀释至刻度,使镱元素浓度分别为 0 mg/L,0.5 mg/L,1.0 mg/L,2.0 mg/L,5.0 mg/L。进火焰原子吸收光谱仪,在与试样溶液测定相同条件下测量吸光度,减去试剂空白吸光度,以镱浓度(mg/L)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

## 23 分析步骤

### 23.1 试样处理

称取约 0.4 g 试样(精确至 0.000 1 g)置于银坩埚(或镍坩埚)中,加 1 g 碳酸钠(19.2)和 3 g 氢氧化钠(19.1),放入马弗炉于 650 °C~700 °C 熔融 20 min~30 min。取出稍冷,将坩埚置于 200 mL 烧杯中,加 50 mL 水,加热浸取,用中速滤纸过滤,用碳酸钠溶液(19.3)洗沉淀及烧杯(5~6)次,再用水洗(2~3)次。将带有沉淀的滤纸贴于原烧杯壁上,用热盐酸(19.5)冲洗滤纸(3~4)次,再用水洗(2~3)次,并用盐酸(19.5)溶解全部沉淀。将酸化后的溶液置于电热板上蒸发至干,取下烧杯,准确加入 10 mL 盐酸(19.5),温热溶解盐类后,移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

### 23.2 试样的测定

23.2.1 准确移取 25.00 mL 试样溶液(23.1)于 50 mL 容量瓶中,加 2 mL 镧溶液(19.7),用盐酸(19.6)稀释至刻度,摇匀。

23.2.2 将火焰原子吸收光谱仪工作参数调节至最佳,使用乙炔空气火焰,镱空心阴极灯于波长

460.7 nm处,以水调零,测量试样溶液吸光度,将所测得的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,即可在标准曲线上查出相应的镉浓度。

24 结果计算

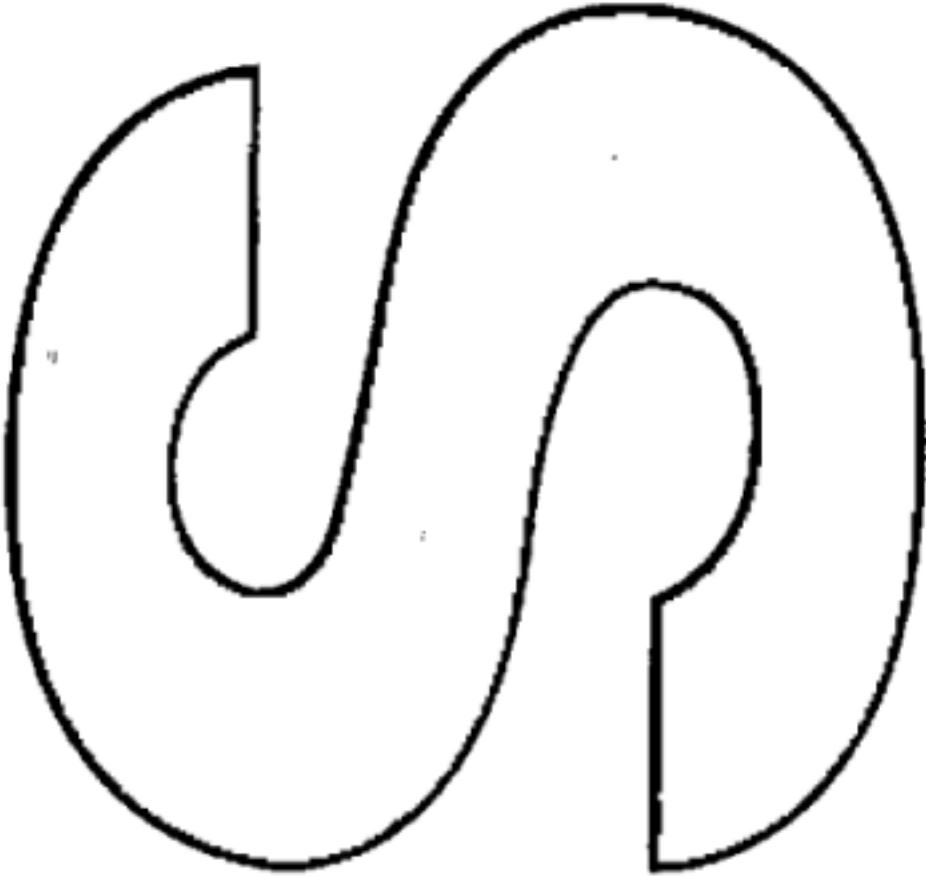
按式(3)计算镉的质量分数:

$$w(\%) = \frac{(c_x - c_0) \times 10^{-6} \times V}{m \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- $w$ ——镉的质量分数, %;
- $c_x$ ——从校准曲线上查得的试样溶液中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $c_0$ ——从校准曲线上查得的空白溶液中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$ ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- $m$ ——试样的质量,单位为克(g);
- $V_1$ ——分取试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。  
在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。  
在再现性条件下获得的两次独立结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。





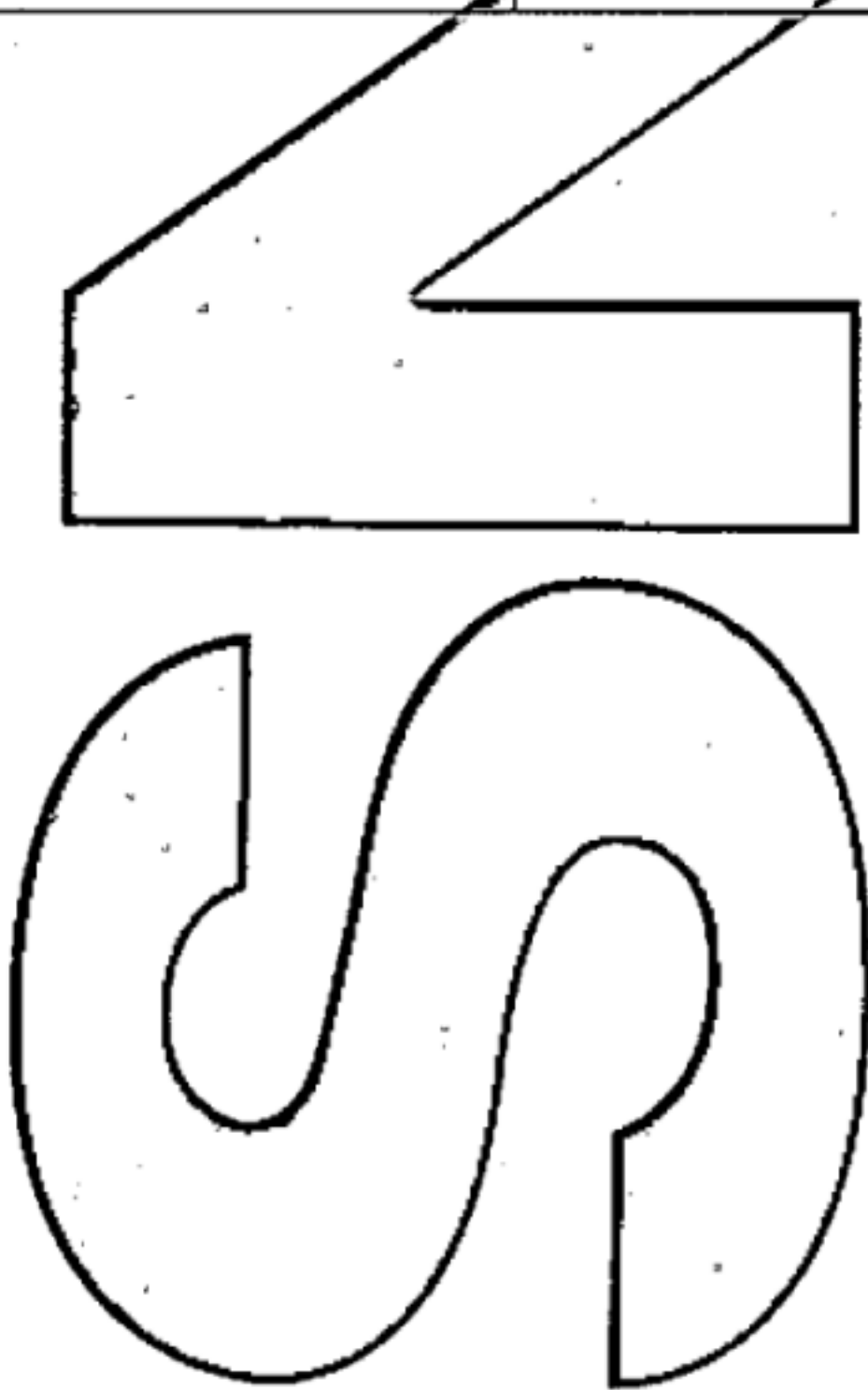
附录 A  
(资料性附录)

ICP-AES 仪器参数和工作条件

ICP-AES 仪器参数和工作条件见表 A.1。分析过程中推荐使用的锶分析线为 216.596 nm、407.771 nm。(注:本方法不指定特殊的分析线,使用时,应仔细检查谱线的干扰情况)

表 A.1

仪器参数	工作条件
高频发生器频率:40.68 MHz 辅助气流量:0.4 L/min 观测高度:15 mm	工作功率:1.1 kW 载气流量:0.6 L/min 冷却气流量:15 L/min



附 录 B  
(资料性附录)  
ICP-MS 仪器参数和工作条件

B.1 ICP-MS 仪器工作条件(测定前优化),见表 B.1。

表 B.1

仪器型号	—	生产厂家	—	四杆区真空度/Pa	$6.1\times 10^{-2}$
功率	(1 250~1 350)W	进样速度	(0.7~1.2)mL/min	检测器区真空度/Pa	$5.8/10^{-4}$
冷却气流量	Ar 13.6 L/min	火炬焰位置 (X/Y/Z)/cm	370/164/163	单峰测定时间/s	3.0
辅助气流量	Ar (0.70~0.9)L/min	采样锥孔径	1.0 mm	检测器	PC(脉冲)
雾化气流量	Ar (0.75~0.9)L/min	截取锥孔径	0.7 mm	质谱峰检测方式	跳峰,3/mass

B.2 ICP-MS 仪器参数条件的优化见表 B.2。

表 B.2

以 <sup>9</sup> Be、 <sup>59</sup> Co、 <sup>115</sup> In、 <sup>140</sup> Ce、 <sup>238</sup> U、 <sup>209</sup> Bi 混合标液(均为 10 μg/L)进行仪器校正操作。优化后,使 <sup>115</sup> In 每秒计数(CPS)>30×10 <sup>6</sup> cps/μg/L,具体参数为:					
测定元素	<sup>9</sup> Be	<sup>59</sup> Co	<sup>115</sup> In	<sup>209</sup> Bi	<sup>238</sup> U
短期稳定性/(%(2 h))	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
长期稳定性/(%(4 h))	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
背景计数(CPS)	<30 CPS				

附 录 C  
(资料性附录)  
微波消解仪使用条件及参数

微波消解仪使用条件及参数见表 C. 1。

表 C. 1

步 骤	时 间	功 率
升温	5 min	到达 400 kW
恒温	5 min	保持 400 kW
升温	10 min	到达 800 kW
恒温	25 min	保持 800 kW
降温	15 min	到达 0 kW

最高温度:250 ℃。  
升压速度:500 kPa/min。

---

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口石膏及石膏制品化学分析方法  
第 1 部分: 锶含量的测定  
SN/T 2297.1—2009

\*

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

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话: 68523946 68517548

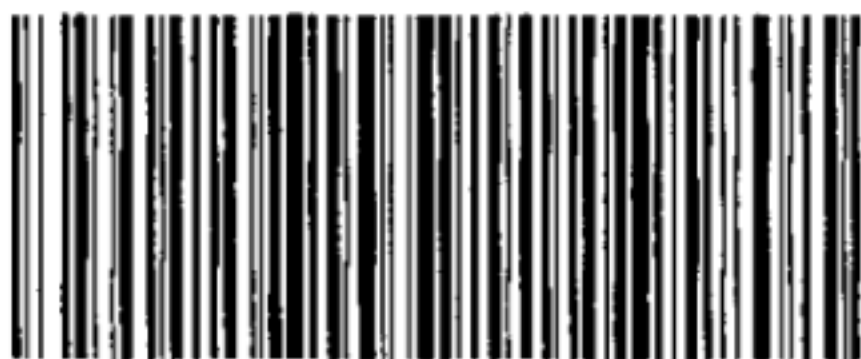
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字  
2010 年 10 月第一版 2010 年 10 月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号: 155066·2-21124 定价 18.00 元



SN/T 2297.1—2009