



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4024—2013

煤焦油和蒽油中钠、钾和钒含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of sodium, potassium and vanadium content in coal tar oil and anthracene oil—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2013-11-06 发布

2014-06-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准主要起草单位：中华人民共和国山西出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中华人民共和国陕西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵发宝、陈建国、张遴、潘亚利、杨燕强、吴海军、杨蒲晨、康利华。

煤焦油和蒽油中钠、钾和钒含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了煤焦油和蒽油中钠、钾和钒含量的电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法。
本标准适于煤焦油和蒽油中钠、钾和钒含量的测定,各元素的测定范围如表 1 所示:

表 1 各元素的测定范围 单位为毫克每千克

元 素	范 围
钠	1~100
钾	1~100
钒	1~400

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样在高温下完全灰化,残留物用四硼酸锂熔融,盐酸溶解熔融物。电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钠、钾和钒,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,仅使用优级纯试剂,所用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

- 4.1 四硼酸锂。
- 4.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 4.3 盐酸(1+4)。
- 4.4 稀释液:称取 $20.0\text{ g}\pm0.1\text{ g}$ 四硼酸锂(4.1)于 100 mL 铂金坩埚中,放入马弗炉中于 $1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下加热 5 min 至全部熔融,取出稍冷。用水冲洗铂金皿外壁,并用滤纸擦净。将盛有熔融物的铂金坩埚置于内有 1 000 mL 盐酸(4.3)的烧杯中,用塑料棒不断搅拌至熔融物全部溶解。将溶液移入 2 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,于聚乙烯瓶中储存。
- 4.5 标准储备溶液:
 - a) 钠标准储备溶液($1\ 000\text{ mg/L}$):按 GB/T 602 方法配制或直接使用国家有证标准溶液。

- b) 钾标准储备溶液(1 000 mg/L):按 GB/T 602 方法配制或直接使用国家有证标准溶液。
- c) 钒标准储备溶液(1 000 mg/L):按 GB/T 602 方法配制或直接使用国家有证标准溶液。

5 仪器

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 5.2 马弗炉:温度可达 1 000 ℃,最好前、后有孔,能让空气缓慢、自然流通。确保耐火墙处于良好状态,无疏松微粒。
- 5.3 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.4 铂金坩埚:50 mL~100 mL。
- 5.5 坩埚钳:钳头包铂金套。
- 5.6 电炉:上铺石棉网。
- 5.7 电热板。

6 试样

取样前,应将样品充分混合均匀。对于高凝点或高黏度的样品,应采用适当的加热方法将样品预热至流动状态,再进行混匀。

7 分析步骤

7.1 试料

称取混合均匀的试料 $10.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ (称准至 0.000 1 g) 于 50 mL~100 mL 铂金坩埚中。
称取两份试料平行测定,结果取其平均值。

7.2 试样溶液制备

7.2.1 将盛有试料的铂金坩埚放在电炉上用小火缓慢加热至大部分挥发物挥发后,将铂金坩埚置于已预先升温至 900 ℃ 的马弗炉炉门口,待挥发物完全挥发后再缓慢推进马弗炉恒温区,关闭炉门,灼烧至试样全部灰化。

7.2.2 称取 $0.5\text{ g} \pm 0.05\text{ g}$ 四硼酸锂(4.1),均匀洒在铂金坩埚中残留物表面,小心摇匀混合。将铂金坩埚放入预先已加热至 1 000 ℃ 的马弗炉中熔融 2 min。取出铂金坩埚,并轻轻摇动,再放入马弗炉中,继续加热 5 min~10 min,至熔融物清亮透明。取出稍冷,用水冲洗铂金坩埚外壁,并用滤纸擦净。

7.2.3 将熔融物放入烧杯中,加入 25 mL 盐酸(4.3),置于电热板上加热保持微沸,并用塑料棒不断搅拌使熔融物完全溶解。溶液冷却至室温后,定量转移到 100 mL 容量瓶中,用水洗涤铂金坩埚和烧杯 3~4 次,将洗液全部转移至容量瓶中。用水稀释至刻度,混匀后待测。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 混合标准工作溶液的制备

准确移取钠、钾和钒标准储备溶液(4.5)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL,注入 100 mL 容量瓶中,各加入 50 mL 稀释液(4.4),用水稀释至刻度,混匀。

该系列标准溶液分别含有 0 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L、40 mg/L 和 50 mg/L 的钠、钾

和钒。

7.5 仪器工作条件

仪器的工作条件参见附录 A。

7.6 工作曲线的制作

按 7.5 设定的仪器工作条件,依次测定标准溶液(7.4),以元素的质量浓度为横坐标,待测元素分析谱线强度为纵坐标,制作标准工作曲线。回归曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

7.7 试样溶液的测定

按 7.5 设定的仪器工作条件,测定空白溶液和试样溶液中各被测元素的光谱强度,从标准工作曲线上计算出各被测元素的浓度。

8 结果计算

按式(1)计算被测元素(钠、钾和钒)的含量 w_i (mg/kg):

$$w_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_i ——试样溶液中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白溶液中被测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

结果以两次重复测定结果的算术平均值报出。当结果大于或等于 10 mg/kg 时,保留三位有效数字;当结果小于 10 mg/kg 时,保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

9.2 再现性

在不同的实验室,由不同操作者使用不同设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

^a RF 功率为射频功率。