



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4119—2015

玻璃及其制品中硼含量的测定 电感耦合 等离子体发射光谱法

Determination of boron content in glass and glass products—Inductively coupled
plasma-atomic emission spectrometric method

2015-02-09 发布

2015-09-01 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。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：萧达辉、赵泉、李政军、唐志锐、黄金宇、林春梅、周明辉、郑建国。

玻璃及其制品中硼含量的测定 电感耦合 等离子体发射光谱法

1 范围

本标准规定了玻璃及玻璃制品中硼含量的电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定方法。
本标准适用于玻璃及玻璃制品中硼含量的测定。测定范围:0.001%~3.0%。

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 1549 纤维玻璃化学分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

对玻璃及其制品经粉碎均匀后,加入40%氢氧化钠溶液,在微波消解仪内进行溶解后,试液酸化,定容后,采用ICP-AES测试硼的含量。

4 试剂与材料

除另有规定外均使用优级纯试剂,实验用水应符合GB/T 6682规定的二级水。

4.1 氢氧化钠。

4.2 盐酸:36%~38%。

4.3 硼标准储备液,浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.4 氢氧化钠溶液(40%)

称取氢氧化钠(4.1)40.0 g,加入80 mL水进行溶解,定容于100 mL塑料容量瓶中。

4.5 滤膜:0.45 μm ,尼龙。

4.6 标准实验筛:孔径80 μm 。

5 仪器与设备

5.1 鼓风干燥箱。

5.2 电子天平:感量0.1 mg。

5.3 可控温电热板。

5.4 微波消解仪。

5.5 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)。

6 样品处理

6.1 样品预处理

按照 GB/T 1549 对样品进行缩分,用玛瑙研钵研磨至可全部通过 80 μm 孔径标准实验筛(4.6),质量不少于 10 g。研磨后试样置于称样瓶中,在 105 ℃~110 ℃鼓风干燥箱(5.1)中干燥 1 h,置于干燥器中冷却至室温后称量。

6.2 样品消解

采用电子天平(5.2)称取 0.2 g~0.5 g 样品,精确至 0.000 1 g,将样品转移到微波消解仪专用聚四氟乙烯消解罐中,加入 40%氢氧化钠溶液(4.4)6 mL,参照附录 A 给出的程序进行消解。消解完成,将试液冷却至室温后,加入 20 mL 水,缓慢沿消解罐内壁滴加入盐酸(4.2)8 mL,若试液中有未溶解的盐类,将消解管置于可控温电热板(5.3)在不高于 100 ℃微微加热 15 min 之后,冷却至室温,转移入 50 mL 塑料容量瓶中,定容至刻度。静置,取上层清液,过 0.45 μm 滤膜(4.5),待测。随同做空白试验。

7 分析步骤

7.1 系列溶液的配制

取 6 个洁净的 100 mL 的塑料烧杯,分别加入水 40 mL,40%氢氧化钠溶液(4.5)6 mL,缓慢沿内壁定量滴加入盐酸(4.2)8 mL,冷却至室温后,移入 6 个 100 mL 塑料容量瓶中,分别准确吸取 0 mL、0.100 mL、0.500 mL、1.00 mL、5.00 mL 和 10.0 mL 的硼标准储备液(4.3),以水定容至刻度。

7.2 校准曲线的绘制

启动 ICP-AES,调整仪器的工作条件和测量参数至设定状态(参见附录 B)。

将标准溶液系列依次导入,测量各元素分析波长(参见附录 B)的光谱信号,以强度为 Y 轴,每个标准溶液中各待测波长的浓度(mg/L)为 X 轴,得到各波长的工作曲线,并作线形回归方程,计算相关系数。

注:试液中盐分较高,两个样品测试间隔宜将进样管放入水中清洗 2 min。

7.3 样品测定

在与 7.2 相同条件下,测定试剂空白溶液和试样消解液,根据工作曲线和消解溶液的谱线强度值,计算消解溶液中待测硼元素的浓度值。

8 结果计算

样品中硼元素含量按式(1)计算:

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

式中:

w ——样品中硼元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——样品试液中硼的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白溶液中硼的含量,单位为毫克每升(mg/L);

V ——溶液体积,单位为毫升(mL);

f ——试液稀释倍数(不稀释时 f 为 1);

m ——称样质量,单位为克(g)。

结果取两次测量结果的算术平均值,测试结果保留 2 位有效数字。

9 精密度

两次平行测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

SN/T 4119—2015

附 录 A
(资料性附录)
微波消解仪参考工作条件

表 A.1 微波消解仪参考工作条件

仪器参数	工作条件
功率	1 000 W
压力控制	35 psi
升温程序	室温 $\xrightarrow{5\text{ min}}$ 120 ℃ $\xrightarrow{5\text{ min}}$ 190 ℃, 保持 25 min
注：不同型号仪器根据实际情况而定,上述仪器参数和工作条件仅供参考。	

附录 B
(资料性附录)

ICP-AES 参考工作条件及推荐分析波长

B.1 ICP-AES 测定的参考工作条件见表 B.1。

表 B.1 ICP-AES 参考工作条件

仪器参数	工作条件
射频功率	1 150 W
观测方向	水平观测
雾化气流量	0.40 L/min
辅助气流量	0.80 L/min
冷却气流量	13 L/min
蠕动泵转速	60 r/min
积分时间	短波:15 s
	长波:25 s
注:不同型号仪器根据实际情况而定,上述仪器参数和工作条件仅供参考。	

B.2 硼的推荐分析波长见表 B.2。

表 B.2 硼元素推荐分析波长

单位为 nm

分析元素	B
分析波长	182.591,182.641,208.959
注:考虑到不同型号仪器存在个体差异,具体分析波长可根据实际情况选定。	