

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4304—2015

出口氯化钡中铝、镁、铅、硅的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of aluminum, magnesium, lead, silicon in barium chloride dihydrate
for export—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2015-09-02 发布

2016-04-01 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：中华人民共和国贵州出入境检验检疫局、贵州红星发展股份有限公司。

本标准主要起草人：赵明、冉菲、周富强、蔡玲、刘建卿、严家铎。

出口氯化钡中铝、镁、铅、硅的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定出口氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)中铝、镁、铅、硅元素含量的测定方法。

本标准适用于出口氯化钡中铝、镁、铅、硅元素含量的测定,各元素的测定底限见表1。

表1 各元素测定底限

元素	测定底限/%	元素	测定底限/%
Al	0.000 3	Pb	0.000 3
Mg	0.000 06	Si	0.000 6

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 原理

试样用水溶解,在酸性介质中,定容后用标准加入法在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定。

4 试剂和材料

除非另有说明外,所有试剂纯度均为优级纯。水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.2 盐酸 1+2(体积比):取一份体积的盐酸(4.1)和两份体积的水,混匀。

4.3 铝标准储备溶液($1\,000 \mu\text{g/mL}$):购买有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.4 镁标准储备溶液($1\,000 \mu\text{g/mL}$):购买有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.5 铅标准储备溶液($1\,000 \mu\text{g/mL}$):购买有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.6 硅标准储备溶液($500 \mu\text{g/mL}$):购买有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.7 混合标准溶液:吸取 10.00 mL 铝标准储备溶液(4.3)、 10.00 mL 镁标准储备溶液(4.4)、 5.00 mL 铅标准储备溶液(4.5)、 10.00 mL 硅标准储备溶液(4.6),置于 $1\,000 \text{ mL}$ 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.2),加水稀释至刻度,混匀。此容量瓶中每毫升溶液分别含有铝 $10 \mu\text{g}$ 、镁 $10 \mu\text{g}$ 、铅 $5 \mu\text{g}$ 、硅 $5 \mu\text{g}$ 。

5 仪器

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪:仪器的建议分析线及参考工作条件参见附录 A。
5.2 分析天平:感量 0.1 mg。
5.3 高纯氩:(纯度 $\geq 99.999\%$)。

6 测定

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(4.2),用水稀释至刻度,混匀。各取 10.00 mL 上述试液共 5 份于一组 5 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 混合标准溶液(4.7),加入 10 mL 盐酸(4.2)后用水稀释至刻度,混匀,在仪器规定条件下,分别测定相应的强度值,以加入标准溶液质量浓度为横坐标,对应的强度值为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横轴相交,交点即为待测元素的质量浓度,或直接从仪器上读出待测元素的质量浓度。

7 结果计算

7.1 按式(1)计算各被测元素的含量,以质量分数表示:

$$X = \frac{c \times V \times f}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
 X —— 被测元素的质量分数,%;
 c —— 从曲线上查得的被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 V —— 试液的测定体积,单位为毫升(mL);
 f —— 试液的稀释倍数;
 m —— 试样的质量,单位为克(g)。

7.2 结果取两次平行测定结果的平均值,并保留至两位有效数字,当结果小于 0.001%时,表示到小数点后三位。

8 精密度

本标准的精密度是选择 3 个水平样品由 9 个实验室共同试验结果确定。精密度见表 2。

表 2 精密度

被测元素	水平范围(m/m)/(mg/kg)	重复性标准差 S_r	再现性标准差 S_R
Al	7~145	$s_r=0.003\ m+0.422$	$s_R=0.015\ m+0.605$
Mg	8~195	$s_r=0.004\ m+0.571$	$s_R=0.02\ m+0.686$
Pb	3~5	$s_r=0.102\ m-0.03$	$s_R=0.13\ m-0.096$
Si	11~25	$s_r=0.006\ m+0.41$	$s_R=0.02\ m+0.424$

附 录 A
(资料性附录)
建议分析线及仪器参考工作条件¹⁾

A.1 建议分析线

各元素建议分析线见表 A.1。

表 A.1 建议分析线

元素	分析线/nm
Al	396.152
Mg	279.553
	280.270
Pb	220.353
Si	212.412

A.2 仪器参考工作条件

使用美国热电公司 iCAP6300 型电感耦合等离子体发射光谱仪的参考工作条件如下：

水平观测,功率 1 150 W,雾化器压力 0.2 MPa,辅助气流量 0.5 L/min,冲洗泵速 50 r/min,分析泵速 50 r/min,泵稳定时间 5 s,长波积分时间 5 s,短波积分时间 10 s。

¹⁾ 非商业性声明:本标准所采用仪器设备及型号不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。