



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3799—2014

焦炭灰中钾、钠的测定 原子吸收分光光度法

Determination of potassium and sodium in coke ash—
Atomic absorption spectrometry

2014-01-13 发布

2014-08-01 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

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：中华人民共和国河北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘文欣、陈雪莲、杨俊、赵振纲、徐志彬。

焦炭灰中钾、钠的测定 原子吸收分光光度法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了使用原子吸收分光光度计测定焦炭灰中钾、钠含量的方法。

本标准适用于焦炭灰中钾、钠含量的测定。钾的测定范围为 0.2%~2.0%(质量分数);钠的测定范围为 0.1%~1.0%(质量分数)。

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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

试样在密闭微波消解装置中用硝酸和氢氟酸消解,使用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计上分别测定钾、钠的吸光度,计算钾、钠含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中使用为优级纯的试剂和超纯水或符合 GB/T 6682—2008 要求的一级水。

4.1 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

4.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.3 高氯酸($\rho=1.75$ g/mL)。

4.4 钾标准储备溶液(1 000 μ g/mL):直接采用有效期内的有证标准物质或按 GB/T 602 进行配制。

4.5 钾标准溶液(40 μ g/mL):移取 20.00 mL 钾标准储备溶液(4.4),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,转入塑料瓶中。

4.6 钠标准储备溶液(1 000 μ g/mL):直接采用有效期内的有证标准物质或按 GB/T 602 进行配制。

4.7 钠标准溶液(40 μ g/mL):移取 20.00 mL 钠标准储备溶液(4.6),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,转入塑料瓶中。

4.8 钾标准系列溶液:分别移取 0 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL 钾标准溶液(4.5)置于 100 mL 容量瓶中,加硝酸(4.2)1 mL,用水稀释至刻度,摇匀,转移至塑料瓶中。

4.9 钠标准系列溶液:分别移取 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL 钠标准溶液(4.7)置于 100 mL 容量瓶中,加硝酸(4.2)1 mL,用水稀释至刻度,摇匀,转移至塑料瓶中。

注 1: 标准溶液的浓度间隔视仪器性能及工作曲线弯曲情况可增大或减小。

注 2: 在同一批测定中必须使用同一规格、同一瓶的试剂或水,而且应该避免汗水、洗涤剂及尘埃等带来的污染。

5 仪器设备

5.1 原子吸收分光光度计:配备有空气-乙炔燃烧器,钾、钠空心阴极灯。

5.2 微波消解装置。

5.3 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.4 聚四氟乙烯烧杯:100 mL。

5.5 电热板:温度可调。

5.6 高温炉(马弗炉或箱型电炉):带有温控装置,温度能达到 815 ℃。

注: 所有器皿均需要以硝酸溶液(1+5,体积比)浸泡 24 h,用水反复冲洗晾干后,方可使用。

6 分析步骤

6.1 样品溶液的制备

取焦炭灰试料用玛瑙研钵研细至全部通过 0.1 mm 筛孔,于 815 ℃灼烧至恒重后,称取焦炭灰试料 0.1 g(精确至 0.000 2 g)于微波消解罐中,加氢氟酸(4.1)2 mL、硝酸(4.2)6 mL,放入微波消解装置中,参照附录 A 设定微波消解程序进行消解。消解结束后,冷却至室温,将消解液移入 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用水洗涤消解罐及盖子数次并将洗涤液转移至聚四氟乙烯烧杯中,加高氯酸(4.3)2 mL,置于电热板上低温缓缓加热(温度不高于 250 ℃),蒸至近干,再升高温度继续加热至白烟基本冒尽,溶液蒸至干涸但不焦黑为止。取下聚四氟乙烯烧杯冷却至室温,将烧杯中的试样溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水洗涤聚四氟乙烯烧杯数次并将洗涤液转移至容量瓶中,加 1 mL 硝酸(4.2),用水稀释至刻度,摇匀,转移至塑料瓶中。

6.2 样品空白溶液的制备

分解一批样品应同时制备一个样品空白溶液,样品空白溶液的制备除不加样品外,其余操作同 6.1。

6.3 样品溶液及样品空白溶液的分取

样品溶液和样品空白溶液按表 1 移取,置于 100 mL 容量瓶中,补加 $0.01 \times (100 - x)$ mL 硝酸(4.2, x 为样品溶液或空白溶液移取量),用水稀释至刻度,摇匀,转移至塑料瓶中。

表 1 样品溶液和样品空白溶液移取量

K		Na	
含量范围/%	移取量/mL	含量范围/%	移取量/mL
<0.30	不分取	<0.15	不分取
0.30~1.20	25.00	0.15~0.60	25.00
1.20~3.00	10.00	0.60~1.50	10.00
注: 若无法确定待测样品中钾、钠的大概含量范围,则需在样品溶液稀释前进行预检测,确定大概含量范围后再进行稀释测定。			

6.4 钾、钠的测定

6.4.1 仪器工作条件的确定

使用仪器推荐的分析线和狭缝宽度,将仪器的其他参数,如灯电流、燃烧头位置及转角、燃气和助燃气的流量等调至最佳值,仪器工作条件参见附录 B。

6.4.2 测定

按 6.4.1 确定的仪器工作条件,分别测定钾、钠标准系列溶液(4.8 和 4.9)及待测样品溶液(6.1)中钾、钠的吸光度。

6.4.3 工作曲线的绘制

以标准系列溶液中测定的成分浓度(mg/L)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制各成分的工作曲线。

7 结果计算

被测元素含量,以质量分数表示,按式(1)计算:

$$w_{(R)} = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times k}{10^4 m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w_{(R)}$ ——被测元素的质量分数,%;
- c_1 ——从工作曲线上查得的钾或钠的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c_0 ——从工作曲线上查得的钾或钠的空白浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——测试的溶液体积,单位为毫升(mL);
- k ——稀释倍数;
- m ——焦炭灰试样质量,单位为克(g)。

计算结果按 GB/T 8170 修约至两位有效数字。

8 方法的检出限、定量限和精密度

8.1 方法的检出限和定量限

本方法的检出限和定量限如表 2 所示。

表 2 方法的检出限和定量限

元素	方法检出限/(mg/kg)	方法定量限/(mg/kg)
K	12	40
Na	6	20
注:方法检出限和定量限是指称样量为 0.1 g、定容体积为 100 mL 时元素在样品中的检出限。		

8.2 方法的精密度

由 8 个实验室对 3 个水平的焦炭灰试样进行测定,每个实验室对每个水平的样品独立测定 3 次,实

SN/T 3799—2014

验数据按 GB/T 6379.2 进行统计,精密度结果见表 3。

表 3 方法的精密度

元素	重复性限 r	再现性限 R
K	0.053 8	0.060 3
Na	0.056 0	0.057 0

附 录 A
(资料性附录)
微波消解程序

微波消解程序见表 A.1。

表 A.1 微波消解程序

步骤	加热功率/W	升温时间/min	目标温度/℃	保持时间/min
1	400/800/1 600	5	120	1
2	400/800/1 600	3	150	5
3	400/800/1 600	3	190	20
注：加热功率根据消解罐的数量进行选择。1 罐～2 罐选择 400 W,3 罐～5 罐选择 800 W,6 罐～12 罐选择 1 600 W。				

SN/T 3799—2014

附 录 B
(资料性附录)
推荐的仪器工作条件

推荐的仪器工作条件见表 B.1。

表 B.1 推荐的仪器工作条件

工作条件	钾	钠
分析线/nm	766.5	589.0
火焰类型	乙炔-空气	乙炔-空气
信号类型	吸收	吸收
空心阴极灯电流/mA	6	5
狭缝宽度/nm	0.7	0.2
空气流量/(L/min)	17.0	17.0
乙炔流量/(L/min)	1.5	1.5