

T/QAS

团 体 标 准

T/QAS 023—2020

工业硼酸中铅含量的测定 电感耦合等离子 体发射光谱法

2020 - 12 - 15 发布

2020 - 12 - 18 实施

青海省标准化协会

发 布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定进行起草。

本文件由青海省标准化协会提出并归口。

本文件起草单位：青海省盐化工产品质量监督检验中心、青海省柴达木综合地质矿产勘查院、格尔木万年颗粒钾肥有限公司。

本文件主要起草人：刘宏、赵枝刚、程金莲、王兴权、马占雄、马成冰、马军、张淑琴、胡发霞、王培艳、马文霞。

工业硼酸中铅含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定工业硼酸中铅含量的原理、试剂、仪器和设备、样品制备、试验步骤、试验数据处理和精密度。

本文件适用于工业硼酸中铅含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款，其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经硝酸溶解消化后，由电感耦合等离子体发射光谱仪测定，以元素的特征谱线波长定性；待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。

5 试剂

本法所使用试剂均为分析纯，所用水为GB/T 6682中规定的一级水。

5.1 硝酸。

5.2 铅标准溶液（1000 mg/L）：按 GB/T 602 配制或购买有证标准溶液。

5.3 铅标准储备溶液（10 mg/L）：准确吸取铅标准溶液（1000 mg/L）1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加硝酸（5.1）2 mL，定容至刻度，混匀。

5.4 氩气（Ar）（≥99.99 %）：氩气或液氩。

6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.2 电子天平：感量±0.0001g。

6.3 可调式控温电热板。

7 仪器工作条件

可参照附录A。

8 样品制备

取具有代表性样品200 g，用四分法缩分后取约100 g，置于洁净、干燥的样品袋中备用。

9 试验步骤

9.1 样品前处理

称取样品约2.0g（精确至0.0001g），置于100 mL烧杯中，用少量水湿润，在通风橱内加入5 mL硝酸，盖上表面皿，在电热板上煮沸10 min后，待冷却至室温，然后完全转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。空白试验除不加试样外，与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤。

9.2 标准溶液配制

按表1分别吸取铅标准储备溶液（10.0mg/L）至100mL容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀，得到标准工作曲线溶液。

表1 工作曲线溶液

项目	标准储备溶液	标准工作溶液	1	2	3	4	5	6
Pb	10.0 mg/L	移取标准溶液体积/mL	0	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
		工作曲线溶液浓度/(mg/L)	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00

9.3 测定

优化仪器工作条件，按附录A的分析波长分别测定标准系列、试剂空白及样品待测溶液。

10 试验数据处理

试样中铅的含量以质量分数 ω 计，数值以mg/kg表示，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω —样品含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C —样品浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_0 —空白浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —定容体积，单位为毫升（mL）；

m —样品称样量，单位克（g）；
计算结果按 GB/T 8170 进行修约，保留小数点后一位。

11 允许差

试验结果以平行测定结果的算数平均值为准，在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算数平均值的 25 %。

12 其他

当样品称样量为 2.0 g，定容体积为 100 mL，方法检出限为 0.4 mg/kg，方法定量限为 1.2 mg/kg。

附 录 A
(资料性)
仪器测试条件

A.1 测试过程中可参考以下条件:

- a) 高频功率 950 W;
- b) 泵速 50 r/min;
- c) 辅助气流量 1.0 L/min;
- d) 雾化器流量 0.65 L/min。

A.2 分析波长:

铅分析波长 220.353 nm。
