

ICS

CCS 点击此处添加 CCS 号

宁夏回族自治区团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

金属钠中钙、硅、铋、钡、锡、铅含量的 检测 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP- OES）

Determination of Calcium, Silicon, Bismuth, Barium, Tin, and Lead in Metallic Sodium by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES)

（送审稿）

（本草案完成时间：2026年2月1日）

2026-02-01 发布

2026-02-01 实施

宁夏化学分析测试协会 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》的规定起草。

本文件由宁夏计量质量检验检测研究院提出。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏计量质量检验检测研究院（国家煤化工产业计量测试中心、国家煤及煤化工产品质量监督检验中心（宁夏））。

本文件主要起草人：周莎，姚彩红，李彩梅，张小飞，李红俊，李财虎，李淑娟，杜宇雄，马龙瑞。

金属钠中钙、硅、铋、钡、锡、铅含量的检测 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）

警告: 金属钠与乙醇、水均为剧烈放热反应，极易产生高温、喷溅、甚至燃烧爆炸风险，操作过程必须在通风橱内进行，佩戴防护眼镜、防腐蚀手套、实验服，必要时使用防护面罩。严禁将金属钠直接与大量水接触，严禁一次性快速加水、加酸。溶解过程应少量多次、缓慢滴加，时刻控制反应速率，防止溶液飞溅灼伤。加热赶除乙醇时必须低温、缓慢加热，严禁高温蒸干、暴沸。若发生意外飞溅、起火，严禁用水扑救，应立即用干燥沙土或干粉灭火器覆盖灭火。

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子发射光谱法(ICP-OES)测定金属钠中钙、硅、铋、钡、锡、铅6种杂质元素含量的方法。该方法对上述6种元素的方法检出限均为7.5 μg/g。

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- 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与判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

金属钠试样经无水乙醇和水溶解后，加入硝酸酸化，通过加热驱除残留的乙醇。以钪标准溶液作为内标，将经前处理的样品溶液引入电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）的进样系统，使其在高温等离子体中形成气溶胶。在高温环境下，样品气溶胶经历解离、原子化及激发过程，其中的目标杂质元素会发射出特征光谱。通过检测特征光谱的波长实现定性分析，依据特征光谱的强度进行定量分析，进而精确测定金属钠中钙、硅、铋、钡、锡及铅等杂质元素的含量。

5 试剂和材料

本方法所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指优级纯试剂和GB/T 6682中规定的一级水。

5.1 超纯水。

5.2 硝酸：优级纯。

5.3 乙醇：优级纯。

5.4 钙标准溶液: 1 mL 溶液含钙(Ca) 0.010 mg。用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的钙(Ca)标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.5 硅标准溶液: 1 mL 溶液含硅(Si) 0.001 mg。用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的硅(Si)标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后用移液管移取 10 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.6 铋标准溶液: 1 mL 溶液含铋(Bi) 0.001 mg。用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的铋(Bi)标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后用移液管移取 10 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.7 钡标准溶液: 1 mL 溶液含钡(Ba) 0.001 mg。用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的钡(Ba)标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后用移液管移取 10 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.8 锡标准溶液: 1 mL 溶液含锡(Sn) 0.001 mg。用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的锡(Sn)标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后用移液管移取 10 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.9 铅标准溶液: 1 mL 溶液含铅(Pb) 0.001 mg。用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的铅(Pb)标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀后用移液管移取 10 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.10 钪标准溶液: 1 mL 溶液含钪(Sc) 0.010 mg。

6 仪器设备

6.1 分析天平: 精确至 0.0001 g。

6.2 电感耦合等离子发射光谱仪(ICP-OES)。

7 试验步骤

7.1 试验溶液的制备

用滤纸仔细擦去金属钠块上的白油, 从中间部位切取约 5 g 的钠块, 用镊子夹住, 迅速放入干燥的称量瓶中, 用减量法称量, 精确至 0.0002 g。置于盛有 80 mL 无水乙醇的 250 mL 的特氟龙烧杯中, 充分反应。若有少量钠块未溶解, 可逐滴加入超纯水 1~2 mL, 加速样品溶解。

待样品完全溶解后, 加入 20 mL 浓硝酸, 置于电热板上加热蒸干至湿盐状(即烧杯内壁出现结晶且无流动液体)。冷却至室温后, 将溶液转移至 250 mL (V_2) 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度线, 摇匀后。

7.2 测定

用移液管分别移取 5 份 5 mL (V_1) 试验溶液, 分别置于 5 个 50 mL (V) 容量瓶中, 再按表 1 所示分别加入相应的各元素标准溶液体积, 定容前加入 5 mL 钪标准溶液, 再用超纯水稀释至刻度, 摇匀。

表1 各元素标准溶液加入体积及对应质量浓度
(表中体积为各元素对应标准溶液的单独加入体积)

元素	系列1	系列2	系列3	系列4	系列5
标准溶液加入 体积/mL	0.00	0.50	1.00	5.00	10.00
钙标准溶液 /($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.10	0.20	1.00	2.00

硅标准溶液 ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.01	0.02	0.10	0.20
铋标准溶液 ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.01	0.02	0.10	0.20
钡标准溶液 ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.01	0.02	0.10	0.20
锡标准溶液 ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.01	0.02	0.10	0.20
铅标准溶液 ($\mu\text{g/mL}$)	0.00	0.01	0.02	0.10	0.20

本文件不指定特殊的分析谱线，推荐使用表2的分析谱线。若推荐谱线存在严重光谱干扰，可根据仪器实际情况选择其他无干扰特征谱线。使用时，应根据仪器特点仔细检查谱线的背景校正位置以及光谱干扰情况。钐内标校正谱线为361.388 nm，利用标准曲线法测定各待测元素的光谱强度，计算各元素的质量浓度 ($\mu\text{g/mL}$)。

表2 各待测元素推荐谱线(单位: nm)

Ca	Si	Bi	Ba	Sn	Pb
317.933	212.412	206.170	230.424	224.605	216.999
393.367	250.690	213.363	233.527	226.891	220.351

7.3 结果计算

按式(1)计算分析元素含量:

$$\omega = \frac{\rho \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1 / V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω —试样中待测元素的质量分数, %;

ρ —从工作曲线上查得试验溶液中各元素的质量浓度的数值, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V —测定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_1 —移取试验溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_2 —试验溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

m —样品质量, 单位为克 (g)

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

7.4 精密度

7.4.1 重复性

在重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限 r : 钙: $r = 0.002\%$; 硅、铋、钡、锡、铅: $r = 0.0002\%$ 。

8 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- 样品名称、编号、仪器型号、标准物质编号及批号、内标物浓度;
- 本文件代号;
- 试验结果;
- 与规定的分析步骤的差异;

e)在试验中观察到的异常现象;

f)试验人员及试验日期。
