

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

宁夏回族自治区团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

次氯酸钠中铁含量测定 电感耦合等离子体 质谱法

Determination of iron content in sodium hypochlorite - inductively coupled plasma
mass spectrometry method

(送审稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 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）、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：

次氯酸钠中铁含量测定 电感耦合等离子体质谱法

警告：本文件的使用可能涉及到某些有危险的材料、操作及设备，但并未对所有的安全问题都提出建议。因此使用者在使用本标准前，应建立适当的安全防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件规定采用电感耦合等离子体质谱法测定次氯酸钠中铁含量的试验方法。
本文件中铁的定量下限为 $0.011 \mu\text{g/L}$ 。

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 4842 氩
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- 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

样品通过载气被引入雾化系统进行雾化后，以气溶胶的形式进入等离子体的轴向通道，在高温和惰性气氛中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出所含元素的特征谱线，特征谱线的强度与样品中元素的含量成正比。根据特征谱线的位置定性检测元素的存在，根据特征谱线的强度定量测定元素的含量。

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，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。

- 5.1 硝酸：优级纯。
- 5.2 硝酸溶液（5+95）：5份体积的硝酸（5.1）与95份体积的水相混合。
- 5.3 氩气：纯度达到99.99%（体积分数）以上。
- 5.4 铁标准溶液：100 mg/L，有证标准物质。
- 5.5 铁标准使用液（10 mg/L）：移液管移取5.00 mL铁标准溶液（5.4）于50 mL容量瓶中，用硝酸溶液（5.2）定容至刻度。

6 仪器和设备

- 6.1 分析天平：精确至0.0001g。
- 6.2 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。
- 6.3 电热板：220V，500W以上。

7 实验步骤

7.1 试样溶液的制备

称取约5 g次氯酸钠样品（精确至0.0001 g），置于蒸发皿中，在电热板上蒸发至干，冷却后加5 mL硝酸溶液（5.1）溶解，再加入20 mL水，转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。所得溶液即为待测溶液，若测定时溶液未澄清需过滤。

不加样品采用相同条件做空白试验。

若试样中铁元素含量较高，可将试液用硝酸溶液（5.2）做适当稀释后进行测定。

8 仪器条件

电感耦合等离子体质谱仪测定次氯酸钠中铁含量的参考仪器工作条件见表1。铁元素分析谱线推荐波长见表2。

表1 参考仪器工作条件

参数	设定值
等离子体功率/W	1300
等离子体气流量/（L/min）	15
辅助气流量/（L/min）	0.8
雾化气流量/（L/min）	0.8
采样深度/mm	10.0

注：仪器工作条件允许根据实际情况适当变动，上述条件仅供参考。

表2 铁元素分析谱线推荐波长

元素	推荐波长/nm
铁	238.204、259.940

9 工作曲线的绘制

取6只100 mL容量瓶，按表3分别加入铁标准使用液（5.5），再用硝酸溶液（5.2）定容至刻度，摇匀。将ICP-MS仪器调节仪器至最佳工作状态，按顺序从低到高测定标准系列工作溶液中铁元素的光谱强度。以铁标准溶液的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应铁的发射强度值为纵坐标，绘制标准曲线，计算出线性相关系数 r （ $r \geq 0.999$ ）。

表3 铁元素标准溶液质量浓度

元素	铁标准使用液浓度（mg/L）	移取铁标准使用液的体积（mL）	对应铁元素的浓度（mg/L）
Fe	10	0.00	0.00
		1.00	0.10
		2.00	0.20
		5.00	0.50
		8.00	0.80
		10.00	1.00

10 试样溶液的测定

取7.1的待测空白溶液和待测样品溶液，将仪器调制最佳状态后测定铁元素的光谱强度，根据试验溶液产生的发射强度，从标准曲线上查出铁的质量浓度（mg/L）。

11 计算结果

样品中的铁含量以质量分数 x 计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$x = \frac{(C - C_0) V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1.)$$

式中：

c —从工作曲线上查得试样溶液铁元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 —从工作曲线上查得空白溶液铁元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

v —被测溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m —试料的质量的数值，单位为克（g）；

取2次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

12 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于10%。
