

附录 A
(资料性附录)
误差来源

- A.1 光谱干扰可造成结果偏差,在每一分析波长处应消除其他波长干扰。
- A.2 不洁的喷雾器、喷射室、挡板和炬管可引起正误差。
例如:铁,可能来自不洁的喷雾器。
- A.3 酸受到污染。
- A.4 样品没有全部溶解。
- A.5 制作元素标准工作曲线时,高纯样品和元素标准溶液发生反应产生沉淀。
- A.6 玻璃器皿没有被清洗干净。
- A.7 样品自身离子可能会干扰试验。

GB/T 27598—2011



中华人民共和国国家标准

GB/T 27598—2011

照相化学品 无机物中微量元素的分析 电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES)法

Photographic chemicals—
Measurement methods of the trace elements in the inorganic compounds—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES)



GB/T 27598-2011

版权专有 侵权必究
*
书号:155066·1-44127
定价: 16.00 元

2011-12-05 发布

2012-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

12 结果计算

由仪器的计算机系统自动完成计算,或按式(1)进行计算:

$$w = \frac{V(c_1 - c_2)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w —— 被测元素的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- V —— 被测试验溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_1 —— 从元素工作标准曲线上查得的试验溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_2 —— 从元素工作标准曲线上查得的样品空白溶液中被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- m —— 样品的质量,单位为克(g)。

13 试验报告

- 13.1 试验结果小于检出限,报未检出。
- 13.2 试验结果大于检出限而低于定量限,报出实测数据,但需在括号内注明低于定量限。
- 13.3 试验报告应包括下列内容:
 - a) 试验报告应写明所用的方法及试验结果。
 - b) 试验报告也应提及本标准中没有规定的所有操作细节,或者被认为是可任选的操作细节,并说明任何有可能影响试验结果的事件的细节。
 - c) 试验报告应包括完成样品鉴定所需的所有资料。

14 仪器校准

应按照仪器说明书中的规定定期校准仪器。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
照相化学品 无机物中微量元素的分析
电感耦合等离子体原子发射光谱
(ICP-AES)法
GB/T 27598—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2012年2月第一版 2012年2月第一次印刷
*
书号: 155066·1-44127 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

11.2 试验溶液的制备

11.2.1 试验溶液的制备原则

11.2.1.1 一般采用体积分数为 1% 的硝酸溶液(6.6)直接溶解配制。

11.2.1.2 对于易与硝酸发生氧化还原反应的化学品,一般采用体积分数为 4% 的盐酸溶液(6.8)溶解配制。

11.2.1.3 对试验干扰较大的离子,应除掉。

11.2.2 硝酸银试验溶液的制备

11.2.2.1 称取 1.00 g 的硝酸银,放入 15 mL 的干净离心管中,加体积分数为 4% 的硝酸溶液(6.7)9.5 mL,拧上离心管帽,摇动溶解,然后垂直放置到 85 °C~89 °C 的恒温水浴中,保温 30 min。

11.2.2.2 取出离心管,放置 5 min,溶液约 60 °C~70 °C 时,拧开离心管帽加入 0.5 mL 的浓盐酸(6.2),摇动 60 s 至澄清。

11.2.2.3 放入离心机内,转速 1 000 r/min,离心 8 min,然后取出放置 30 s,清液倒入另一干净离心管中,待用。

11.2.2.4 同时做样品空白溶液,即在干净离心管中加入体积分数为 4% 的硝酸溶液(6.7)9.5 mL 和浓盐酸(6.2)0.5 mL。

11.2.3 氯化钠、溴化钾等试验溶液的制备

称取 2.00 g 样品,置于 50 mL 的容量瓶中,加体积分数为 1% 的硝酸溶液(6.6)溶解并用该溶液稀释至刻度,混匀备用。

样品空白溶液为体积分数为 1% 的硝酸溶液(6.6)。

11.2.4 硫代硫酸钠试验溶液的制备

称取 1.00 g 样品,置于一个 50 mL 的烧杯中,加水(水的体积应小于 25 mL)溶解,用移液管移入 1.0 mL 的浓盐酸(6.2),溶液逐渐变浑,盖上玻璃皿,将烧杯放在电加热炉上加热,煮沸,冷至室温后,用滤纸过滤溶液,将过滤后的清液用水定容在 50 mL 的容量瓶中,取该溶液进行测试。

样品空白溶液为体积分数为 4% 的盐酸溶液(6.8)。

11.2.5 对于其他化学品试验溶液的制备

应按 11.2.1 的原则制备试验溶液,同时制备相应的样品空白溶液。

11.3 样品测定

11.3.1 按仪器操作说明书中的规定进行仪器操作。

11.3.2 按第 8 章中的规定设置 ICP-AES 工作条件。

11.3.3 吸入样品空白溶液及样品试验溶液,采集原始数据。

11.3.4 硝酸银用 9.1 制作的元素标准工作曲线采集数据;硫代硫酸钠用 9.2 制作的元素标准工作曲线采集数据;氯化钠用 9.3 高纯氯化钠硝酸溶液制作的元素标准工作曲线采集数据;溴化钾用 9.3 高纯溴化钾硝酸溶液制作的元素标准工作曲线采集数据。其他化学品,对于化学性质比较稳定及自身离子对试验无干扰或干扰较小的化学品,可采用 9.3 自身高纯品的硝酸溶液制作元素标准工作曲线并采集相关数据;对于易与硝酸发生氧化还原反应的化学品,可采用 9.2 制作元素标准工作曲线并采集相关数据;对于自身含有对试验有较大干扰离子的化学品,可采用 9.1 制作元素标准工作曲线并采集相关数据。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国感光材料标准化技术委员会(SAC/TC 102)归口。

本标准起草单位:中国乐凯胶片集团公司。

本标准主要起草人:王君。