

附录 A
(资料性附录)

日立 Z-5000 型原子吸收光谱仪工作条件

日立 Z-5000 型原子吸收光谱仪工作条件见表 A.1。

表 A.1 仪器工作条件

工作参数	波长/ nm	灯电流/ mA	燃烧头高度/ mm	空气流量/ (L/min)	乙炔流量/ (L/min)
Na	330.2	7.0	7.5	15.0	2.2



中华人民共和国国家标准

GB/T 22787—2008

烟花爆竹用冰晶石关键指标的测定

Determination of essential parameters of cryolite
for use in fireworks and firecrackers



GB/T 22787—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-36351

定价: 14.00 元

2008-12-30 发布

2009-09-01 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

3.8.4.2 空白溶液的制备

按 3.8.4.1 步骤制备空白溶液。

3.8.4.3 标准曲线的绘制

3.8.4.3.1 系列标准溶液的制备:按表 1 所列的体积数,将钠标准溶液(3.8.2.4)分别加到五个 100 mL 的容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。系列标准溶液应现用现配。

表 1 标准溶液的配制

钠标准溶液的体积/mL	溶液中钠含量/(mg/mL)
20	2.00
15	1.50
10	1.00
5	0.50
0	0

注:根据仪器的灵敏度来选择钠系列标准溶液的浓度范围。

3.8.4.3.2 系列标准溶液吸光度的测定:启动原子吸收光谱仪,使仪器运行充分稳定,在波长 330.2 nm 处选择仪器最佳测试条件,参见附录 A。

按顺序吸入钠标准溶液,测定其吸光度。测定标准溶液、空白溶液时,吸液速度应保持恒定。每测一次,须吸水清洗燃烧器。

3.8.4.3.3 绘制标准曲线:以钠标准溶液的浓度(mg/mL)为横坐标,以相应的经过空白校正过的钠标准溶液的吸光度为纵坐标作图,即得标准曲线。

3.8.4.4 试液吸光度的测定

按 3.8.4.3.2 确定的测试条件,每种试验溶液测两次,在相同条件下做空白试验。

3.8.5 结果计算

冰晶石的有效成分以钠(Na)的质量分数(w_7)计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{[(\rho_1 - \rho_0)/1\ 000\ 000] \times 100}{m} \times 100 \times f \dots\dots\dots (7)$$

式中:

ρ_1 ——从标准曲线中读出的试验溶液中钠的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——从标准曲线中读出的空白溶液中钠的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

100——试验溶液定容的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

f ——稀释系数。

取两次平行测定的算术平均值作为测定结果,按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第二位小数。

3.8.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.2%。

中华人民共和国
国家标准
烟花爆竹用冰晶石关键指标的测定

GB/T 22787—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 16 千字

2009 年 4 月第一版 2009 年 4 月第一次印刷

*

书号:155066·1-36351 定价 14.00 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)68533533

3.7.1.4 分析步骤

3.7.1.4.1 称取约 5 g 试样,精确到 0.1 mg,置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 100 mL 硫酸,煮沸至冒白烟除氟,冷却后加少许盐酸溶解。

3.7.1.4.2 过滤至 500 mL 三角烧瓶中,加水 20 mL,充分振荡后用氨水和盐酸调节溶液至 pH2.0~2.5,加 30 mL 盐酸缓冲溶液,在恒温水浴锅中加热至 60℃~70℃后滴加 8 滴~10 滴磺基水杨酸指示液,趁热用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈米黄色并保持 30 s,记录所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积数(V)。

3.7.1.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(V/1\ 000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V——试液所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c——EDTA 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),($M=55.845$);

m——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果按 GB/T 8170 的进舍规则修约至第三位小数。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

3.7.1.6 允许差

在重复性条件下所得两个单次分析值的允许差为 0.005%。

3.7.2 分光光度法

按 GB/T 3049—2006 的有关规定执行。

3.8 有效成分(钠含量)的测定

3.8.1 原理

试料用硫酸溶解,加热除氟,用盐酸和水溶解沉淀,试液用原子吸收光谱仪在波长 330.2 nm 处测定钠的含量。

3.8.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的至少 3 级的水。

3.8.2.1 硫酸。

3.8.2.2 盐酸。

3.8.2.3 盐酸溶液(1%)。

3.8.2.4 钠标准溶液(10 mg/mL):称取 25.4 g 于 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,贮于聚乙烯瓶中。

3.8.3 仪器

常规实验室设备和仪器及以下装置。

3.8.3.1 原子吸收光谱仪:带有背景扣除装置,钠空心阴极灯。

3.8.3.2 分析天平:精度为 0.1 mg。

3.8.3.3 4 号砂芯坩埚:30 mL。

3.8.4 分析步骤

3.8.4.1 试液的制备

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.1 mg,置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硫酸,煮沸至冒白烟,继续加热 10 min,冷却后加少许盐酸(3.8.2.2)溶解。用砂芯坩埚抽滤,用盐酸溶液(3.8.2.3)洗涤,洗液和滤液一并转移至 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.8.2.3)定容,摇匀。

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国烟花爆竹标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:广西出入境检验检疫局烟花爆竹检测中心。

本标准主要起草人:商杰、吴俊逸、李一明、肖焕新。