

ICS 71.040.10
N 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 30244—2013

GB/T 30244—2013

示波极谱仪及其试验溶液制备

Oscillographic polarograph and its test solution

中华人民共和国
国家标准
示波极谱仪及其试验溶液制备
GB/T 30244—2013

*

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(100029)
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

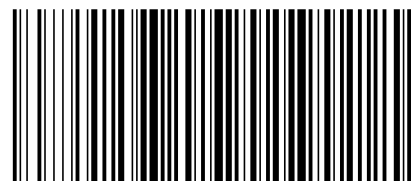
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2014年4月第一版 2014年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48774 定价 18.00 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



GB/T 30244-2013

2013-12-31 发布

2014-07-01 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

A.3.4.2.2 1.00×10^{-4} mol/L 镉试验溶液

用无分度吸管取 10.00 mL 的 1.00×10^{-3} mol/L 镉试验溶液于 100 mL 容量瓶中,用氨底液定容至刻度,摇匀。

A.3.4.2.3 其他浓度的镉试验溶液

按 A.3.4.2.2 方法用氨底液逐级稀释,被稀释镉试验溶液的吸取量不得少于 5 mL(随用随配)。

A.3.4.3 仪器分辨力试验溶液

以 0.1% 乙酸,4.4% 乙酸钠溶液(pH 值为 6)为底液的试验溶液。

镉、铜离子浓度比为: $[Cd^{2+}] : [In^{3+}] = 8.0 \times 10^{-5} \text{ mol/L} : 5.0 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 。

用无分度吸管取 1.00×10^{-3} mol/L 镉标准溶液 8.0 mL、 1.00×10^{-3} mol/L 铜标准溶液 5.0 mL 于 100 mL 烧杯中,加热蒸至近干。加 10% 乙酸 1 mL 溶解残渣,加乙酸钠(3 个结晶水)4.4 g,移入 100 mL 容量瓶中,用超纯水洗烧杯并定容至刻度,摇匀。测试前,溶液用氮气除氧 5 min 以上。

A.3.4.4 仪器抗先还原物质能力试验溶液

A.3.4.4.1 先、后还原物质离子浓度比为 5 000 : 1 的试验溶液。

铅、镉离子浓度比为 $[Pb^{2+}] : [Cd^{2+}] = 1.0 \times 10^{-3} \text{ mol/L} : 2.0 \times 10^{-7} \text{ mol/L}$ 。

用无分度吸管取 1.00×10^{-2} mol/L 铅标准溶液 10.0 mL、 1.00×10^{-5} mol/L 镉标准溶液 2.0 mL 于 100 mL 烧杯中,加热蒸至近干,加盐酸 2 mL,加热蒸至近干。再加盐酸 25 mL 溶解残渣,移入 100 mL 容量瓶中,用超纯水定容至刻度,摇匀。试验前,溶液用氮气除氧 5 min 以上。

A.3.4.4.2 其他铅、镉离子不同浓度比的抗先还原物质能力试验溶液的制备方法与 A.3.4.4.1 相同。

A.3.4.5 仪器重复性试验溶液

1.00×10^{-4} mol/L 镉试验溶液,用氨底液和镉标准溶液制备,方法见 A.3.4.2。

A.3.4.6 仪器线性误差试验溶液

用氨底液和镉标准溶液制备,浓度范围从 10^{-3} mol/L ~ 10^{-7} mol/L,方法见 A.3.4.2。

A.4 不确定度

A.4.1 偏差来源

偏差来源如下:

- 称量偏差 δ_1 ;
- 金属纯度偏差 δ_2 ;
- 吸管及容量瓶偏差 δ_3 ;
- 溶液及玻璃器皿受温度影响引起的偏差 δ_4 等。

A.4.2 偏差计算

试验溶液的偏差按式(A.1)计算:

$$\delta \leq (\delta_1 + \delta_2 + \delta_3 + \delta_4 + \dots) + 0.6n \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量和控制标准化技术委员会(SAC/TC 124)归口。

本标准起草单位:成都仪器厂、中国计量科学研究院、齐齐哈尔医学院。

本标准主要起草人:陈善本、余永惠、史乃捷、张榕。

附 录 A
(规范性附录)
示波极谱仪试验溶液制备方法

A.1 范围

本附录规定了示波极谱仪试验溶液制备的试剂、天平、玻璃器皿,及制备方法和不确定度等。

本附录适用于示波极谱仪检出限、分辨力、抗先还原物质能力和重复性等性能验证的试验溶液的制备。

A.2 试剂、天平及玻璃器皿

A.2.1 试剂

制备试验溶液所用试剂如下:

- a) 盐酸:分析纯;
- b) 硝酸:分析纯;
- c) 乙酸:分析纯;
- d) 乙酸钠:分析纯;
- e) 氨水:优级纯;
- f) 氯化铵:优级纯;
- g) 无水亚硫酸钠:分析纯;
- h) 金属镉:99.99%;
- i) 金属铜:99.99%;
- j) 金属铅:99.99%;
- k) 氮气:99.99%;
- l) 超纯水或二次蒸馏水。

A.2.2 天平

最大称量不大于 200 g,感量为 0.1 mg。

A.2.3 玻璃器皿

制备试验溶液所用玻璃器皿如下:

- a) 容量瓶(A级):100 mL,1 000 mL;
- b) 无分度吸管(A级):1 mL,2 mL,5 mL,10 mL;
- c) 烧杯:100 mL,200 mL,1 000 mL;
- d) 量筒:5 mL,10 mL,20 mL,50 mL。

A.3 溶液制备

A.3.1 玻璃器皿的洗涤

玻璃器皿洗涤步骤如下:

示波极谱仪及其试验溶液制备

1 范围

本标准规定了示波极谱仪(以下简称仪器)的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输与贮存及其试验溶液的制备。

本标准适用于在实验室进行极谱分析的示波极谱仪及其试验溶液的制备。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

GB 4793.1—2007 测量、控制和试验室用电气设备的安全要求 第1部分:通用要求

GB/T 11606—2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 13384—2008 机电产品包装通用技术条件

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

示波极谱仪 **oscillographic polarograph**

在汞滴成长过程中进行快速线性单扫描的极谱仪。它必须借助示波器观察和记录极谱图。与经典极谱图不同,它的图形为峰形,由波峰电位定性,峰值电流定量。

4 要求

4.1 仪器的正常工作条件

仪器应在下列条件下正常工作:

- a) 环境温度:5℃~40℃;
- b) 相对湿度:不大于85%;
- c) 供电电源:220 V±22 V,50 Hz±1 Hz;
- d) 远离机械振动和冲击;
- e) 无强电磁场干扰。

4.2 外观

仪器的外观应满足如下要求:

- a) 仪器的外观应光洁,表面涂、镀层无明显剥落、擦伤、露底及污垢;
- b) 所有铭牌及标志应耐久清晰,内容符合相关法规、标准的要求;