ICS 13.060.50
CCS D51

T/QAS

青 海 省 标 准 化 协 会 团 体 标 准

T/QASxxx-2021

卤水 硒的测定 原子荧光光谱法

2021-XX -XX 发布 2021-XX- XX 实施

青海省标准化协会 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》规定起草。

本文件由青海省柴达木综合地质矿产勘查院提出。

本文件由青海省标准化协会归口。

本文件起草单位：青海省柴达木综合地质矿产勘查院、青海省地质矿产测试应用中心、青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本文件主要起草人：王培艳、郭敏、马成冰、薛超群、李海明、石华、朱琳、杜作朋、刘宏、王兴权。

卤水 硒的测定 原子荧光光谱法

1 范围

本文件规定了卤水中硒的测定方法。

本文件适用于卤水中硒的测定。方法检出限：0.015μg/L，检测范围：0.15μg/L～10.0μg/L，含量高于此范围可稀释后测定。

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 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和判定

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经巯基棉分离富集处理后，在酸性介质中，试样中硒被硼氢化钾还原成气态氢化物，由载气（氩气）将其带入原子化器，以特制硒空心阴极灯作激发光源，硒原子发射出特征波长的荧光。在一定的浓度范围内，荧光强度与硒的含量成正比。

5 干扰及消除

有色样品可加入活性炭进行脱色处理；浑浊样品需经中速滤纸过滤处理。卤水中的钾、钠、钙、镁等离子在经巯基棉富集后与硒分离开来，对硒的测定不产生干扰，而与硒共富集的铅、锌、钴、镍等在洗脱后与硒分离开来，对硒的测定也不产生干扰。

6 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

6.1 硫代乙醇酸：ρ（$C_2H_4O_2S$）=1.33g/mL。

6.2 乙酸酐：ρ（$C_4H_6O_3$）=1.08g/mL。

6.3 乙酸：ρ（CH_3COOH）=1.05g/mL。

6.4 浓硫酸：ρ（H_2SO_4）=1.61g/mL。

6.5 巯基棉：于广口瓶中,依次加入硫代乙醇酸(6.1)10.0mL、乙酸酐(6.2)7.00mL、乙酸(6.3)3.50 mL,浓硫酸(6.4)1 滴及蒸馏水 1mL, 充分混匀 ,放入脱脂棉 3g 浸泡完全，加盖后在 40～45℃的烘箱中放置 4～5d,取出用过滤漏斗抽滤,并用水洗至中性, 摊于滤纸上,40～45℃的烘箱中烘干,成品放磨口棕色瓶中保存。

6.6 氢氧化钠（NaOH）。

6.7 盐酸：ρ（HCl）=1.19g/mL。

6.8 氯化钠饱和盐酸溶液（6mol/L）: 量取 50mL 盐酸（6.7）加入 50mL 水中，加入氯化钠至固体不再溶解。

6.9 氢氧化钾溶液（5g/L）：称取 0.5g 氢氧化钾溶于水中，稀释至 100mL。

6.10 硼氢化钾溶液（10g/L）：称取硼氢化钾（KBH_4）1g 溶解于 100mL 氢氧化钾溶液(6.9)中，现用现配。

6.11 硒标准贮备溶液：ρ(Se)=100mg/L，市售。

6.12 硒标准中间溶液：ρ(Se)=1.00mg/L，吸取硒标准贮备溶液（6.11）10.0mL 于100mL 容量瓶中， 加入 20 mL 盐酸（6.7）定容，摇匀。移取此溶液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中，加入 20.0mL 盐酸（6.7）定容，摇匀。

6.13 硒标准使用溶液：ρ(Se)=0.010 mg/L，吸取硒标准中间溶液（6.12）10.0mL 于100mL 容量瓶中，加入 20.0mL 盐酸（6.7）定容，摇匀。移取此溶液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中，加入 20 mL 盐酸（6.7）定容，摇匀。

7 仪器设备

7.1 原子荧光光谱仪（仪器条件参考附录 A）。

7.2 硒特种空心阴极灯。

7.3 钢瓶氩气（纯度≥99.99%）。

7.4 巯基棉管：内径 6-8mm，长 100mm，一端拉细的玻璃管，内填约 0.2g 巯基棉。

7.5 巯基棉吸附装置：由 60mL 分液漏斗和巯基棉管连接组成。

7.6 抽滤装置。

8 试样保存

试样保存在密封的聚乙烯塑料瓶中。

9 分析步骤

9.1 样品前处理

取25mL试样，加入5mL盐酸（6.7），将试样以5mL/min的流速流经巯基棉管，待流完后用30mL水淋洗分液漏斗,洗液过巯基棉管,取下巯基棉管用抽滤装置抽干水分。用煮沸氯化钠饱和盐酸溶液(6.8)6mL分三次洗脱硒，洗脱液由25mL比色管承接，沸水浴加热半小时，加入2mL盐酸（6.7）定容，摇匀待测。

9.2 标准系列溶液

分别移取0、2.50、5.00、10.0、15.0、20.0、30.0mL硒标准使用溶液(6.13)置于100mL容量瓶中，加入20mL盐酸（6.7）定容至刻度线，摇匀。

表1　标准系列溶液

标准系列	1	2	3	4	5	6	7
质量浓度/（μg/L）	0	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00	3.00

9.3　测定

参考仪器条件或采用自行确定的最佳测量条件，以20%盐酸溶液为载流，硼氢化钾（6.10）为还原剂，浓度由低到高依次测定硒标准系列的原子荧光强度，以荧光强度为纵坐标，硒质量浓度为横坐标，绘制校准曲线，按照与绘制校准曲线相同的条件测定试样。超过校准曲线高浓度点的样品可以经稀释后再测定或减少取样量后按分析步骤重新测定。

10　数据处理

样品中硒的质量浓度ρ按公式（1）计算：

$$\rho = \frac{\rho_1 \times V_1}{V} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ——样品中硒的质量浓度，μg/L；

ρ_1——由标准曲线上查得的试样中硒的质量浓度，μg/L；

V_1——测定试样时的定容体积，mL；

V——分取试样的体积，mL。

结果数值修约按照GB/T 8170《数值修约规则与极限数值的表示和判定》进行。

11　质量控制

11.1　准确度

同类型试样，每一批次试样数在10个以下时，取至少一个加标回收试样，10个以上试样时，加标回收试样数比例为10%。试样中待测组分的加标回收率控制在90%～110%，超出此范围判定为不合格。

加标回收率按公式（2）计算：

$$P = \frac{X_1 - X_0}{X} \times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

P——回收率，%；

X_1——加标试样测定值，μg；

X_0——试样测定值，μg；

X——加标量，μg。

11.2　精密度

每一批试样随机抽取10%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样，取至少一个检查分析样。重复分析相对偏差允许限依据公式（3）计算：

$$Y = 11.0CX^{-0.28} \quad \text{.....} \quad (3)$$

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

C—重复分析相对偏差允许限系数，参照DZ/T 0130取C=1.5；

X—各组分分析结果的浓度值，mg/L；

重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断，小于等于重复分析相对偏差允许限时，为合格；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

12 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。

附录 A

（资料性附录）

仪器测试条件

本实验采用原子荧光光谱仪进行测定分析，每款仪器具体条件会有不同，可根据具体情况调节，参考测试条件如下：

硒灯电流：40mA～80mA；

负高压：230 V～300 V；

载气流量：350mL/min～400mL/min；

屏蔽气流量：600mL/min～1000 mL/min；

原子化器高度：8mm～10mm；

积分方式：峰面积。