

水溶性有机化合物中氯、溴、碘元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of Chlorine, Bromine and Iodine in Water-Soluble Organic Compound
by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX- XX - XX 实施

广东省分析测试协会 发布

目 次

1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	1
6 样品处理	2
7 分析步骤	2
8 结果计算与表示	3
9 精密度和正确度	3
10 质量保证与质量控制	3
附录 A（资料性附录） 仪器参数设置推荐	5
附录 B（资料性附录） 波长选择参考及对应检出限	6
附录 C（资料性附录） 正确度试验数据	7

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。

本标准由广东省分析测试协会归口。

本标准起草单位：中山大学测试中心、广东省测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、华南师范大学分析测试中心、珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司、德国斯派克分析仪器公司、广州利曼科技有限公司。

本标准主要起草人：梁敏思、刘洪涛、方军、温才洁、陈钰欣、梁少霞、张圆圆、彭何龙、李相美、毛延晖、杨志远。

水溶性有机化合物中氯、溴、碘元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法（Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry，以下简称ICP-OES）测定水溶性的有机化合物中氯、溴、碘元素。

本标准适用于溶液进样方式下，使用标准曲线法或标准加入法对水溶性有机化合物中氯、溴、碘元素的分析。

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，仅所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 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

3 方法原理

样品经超纯水溶解后，由载气（氩）带入雾化系统进行雾化，样品以气溶胶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、激发和电离，发射出所含卤素的特征谱线。通过测定被测卤素的谱线强度，根据一定浓度范围内卤素的谱线强度与该卤素浓度所成的正比关系，进行定量分析。

4 试剂和材料

4.1 氩气：纯度不低于 99.99%。

4.2 超纯水：电阻率大于 18.0 MΩ/cm，其余满足 GB/T 6682 中的一级水标准。

4.3 氯元素标准储备溶液：1000 μg/mL，有证标准溶液。

4.4 溴元素标准储备溶液：1000 μg/mL，有证标准溶液。

4.5 碘元素标准储备溶液：1000 μg/mL，有证标准溶液。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体光谱仪，能检测氯、溴、碘元素，氯、溴元素的测定可以考虑具备有远紫外区域或近红外区域的仪器。

5.2 分析天平：称样量 ≥ 100 mg时，精确到1 mg； 100 mg $>$ 称样量 ≥ 10 mg时，精确到0.1 mg；称样量 < 10 mg时，精确到0.01 mg。

5.3 可调移液器：量程为2 μ L-20 μ L，10-100 μ L，100-1000 μ L，1000 μ L-5000 μ L。

5.4 一般实验室常用仪器设备。

6 样品处理

称样前根据有机化合物性质对样品进行干燥处理。样品称样量可根据不同有机化合物中氯、溴、碘的含量、溶解性及稀释倍数来确定。应保证进样溶液中氯、溴、碘元素含量大于方法定量限。采用超纯水溶解有机化合物并定容，同时制备相应的试剂空白溶液。

7 分析步骤

7.1 ICP-OES 仪器参数设定

首先应确认有足够的氩气用于连续工作，废液收集桶有足够的空间用于收集废液。打开通风系统，调节氩气压力输出，使其满足仪器正常工作的要求。点燃等离子体稳定至少30分钟，根据仪器说明书对仪器工作参数进行调节，使仪器对氯、溴、碘元素的测试为最佳条件，参数可能包括射频功率、气体流量、蠕动泵转速、分析元素波长、背景扣除方式、标准溶液的浓度值等参数。（ICP-OES参数设定、波长选择参考及对应检出限见附录A、B）

7.2 干扰的消除

7.2.1 物理干扰

因样品溶解后溶液的粘度、比重及表面张力等物理特性与水相明显差异应考虑使用

7.2.2 光谱干扰

氯、溴、碘元素谱线重叠干扰较小，主要考虑背景干扰。由于ICP-OES仪器的种类和性能不同，本标准中没有列出的参考谱线也可以使用。谱线应根据元素的最佳发射强度、峰形和无干扰原则进行选择。对于所有测定元素，发射光谱谱峰的基线背景点要靠近峰形两侧没有发射强度信号的位置。在方法建立过程中，应尽可能地将样品光谱和标准光谱在发射线上进行比较，以确保积分信号正确。

7.2.3 记忆效应

氯、溴、碘元素记忆效应强，可适当延长清洗时间来减少这类干扰的发生。

7.3 标准工作曲线的建立

标准曲线法的工作曲线范围根据样品溶液中氯、溴、碘元素的含量预估范围确定，样品中的氯、溴、碘元素含量应在标准工作曲线范围内，至少配置5个浓度点，曲线的相关系数应达到0.999以上。

标准加入法的工作曲线根据样品溶液中氯、溴、碘元素的含量确定，依次成倍加入大于或与样品溶液中氯、溴、碘元素含量相当的标准储备液，至少配置5个浓度点，曲线的相关系数应达到0.999以上。

7.4 测定

在仪器的最佳条件下,按照设定的分析程序,依次分析校准空白溶液、校准工作曲线溶液以及样品。每个浓度点标准样品及样品至少积分或测定3次。在分析每个样品前,先用清洗溶液对系统冲洗至信号降至最低,待分析信号稳定后方可开始测定。将系列标准溶液,按浓度从低到高依次测定,建立标准曲线。

8 结果计算与表示

有机化合物中氯、溴、碘元素含量按公式(1)进行计算

$$W_{\text{样}} = \frac{(C_{\text{检}} - C_{\text{空}}) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$W_{\text{样}}$ ——样品中待测元素含量,常用单位可以是mg/kg、mg/g、%;

$C_{\text{检}}$ ——样品溶液所测得的待测元素浓度;

$C_{\text{空}}$ ——空白样品所测得的待测元素浓度;

V ——定容体积;

m ——样品质量。

测定结果小数位数与方法检出限保持一致,最多保留三位有效数字,数字修约按GB/T 8170要求进行。

9 精密度和正确度

9.1 精密度

元素含量 ≤ 0.1 mg/kg时,在重复性条件的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%;

元素含量在0.1 mg/kg~1 mg/kg时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%;

元素含量 ≥ 1 mg/kg时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

9.2 正确度

正确度可用标准物质或标准方法进行对照试验,或加入待测定组分的纯物质进行回收试验来确定或估计正确度(验证正确度试验数据见附录C)。

10 质量保证与质量控制

10.1 通常情况下标准曲线溶液应当天配当天用。

10.2 每批样品应至少测定10%的平行双样,做平行样时,两个平行样品测定结果的相对偏差应小于等于10~20%(见9.1)。

10.3 每批样品应至少做一个全程序空白及实验室空白,测定结果应低于方法检出限。

10.4 每分析 10 个样品，应分析一次校准曲线中间浓度点，其测定结果与实际浓度值相对偏差应小于等于 10%，否则需要查找原因后重新测定。

附 录 A
(资料性附录)
仪器参数设置推荐

仪器参数设置推荐见表A.1。

表A.1 仪器参数设置推荐

工作参数	使用含深紫外区域谱线	使用近红外区域谱线
等离子体气流速	12.00~14.00 L/min	12.0 L/min
辅助气流速	0.20~1.50 L/min	0.2~0.3 L/min
载气流速	0.40~0.90 L/min	0.40~0.65 L/min
RF 功率	1300~1500 W	1500 W
中心管内径	1.8~2.0 mm	2.0 mm
蠕动泵转速	30 rpm 或 1.0~2.0 mL/min	1.0~1.5 mL/min

附 录 B
(资料性附录)
波长选择参考及对应检出限

波长选择参考及对应检出限见表B. 1。

表B. 1 波长选择参考及对应检出限

元素	波长/nm	检出限/(mg/L)
氯 (Cl)	134.724	0.101~0.216
	858.597	1.01~8.39
溴 (Br)	154.065	0.031~0.276
	863.866	0.907~3.49
碘 (I)	145.798	0.011
	178.215	0.001~0.022
	182.976	0.163

附 录 C
(资料性附录)
正确度试验数据

19种标准有机化合物正确度试验数据见表C.1、C.2。

表C.1 正确度实验数据

标准物质	验证实验室数目	检测元素	测定值/%	证书值/%	绝对误差/%
四戊基氯化铵	3	氯 (Cl)	9.86	10.4	0.54
		氯 (Cl)	10.1	10.4	0.3
		氯 (Cl)	10.4	10.4	0.0
四丙基溴化铵	3	溴 (Br)	28.6	29.7	1.1
		溴 (Br)	29.6	29.7	0.1
		溴 (Br)	29.8	29.7	0.1
四戊基溴化铵	3	溴 (Br)	19.5	20.8	1.3
		溴 (Br)	20.5	20.8	0.3
		溴 (Br)	20.1	20.8	0.7
苯扎溴铵	2	溴 (Br)	19.6	19.8	0.2
		溴 (Br)	19.6	19.8	0.2
四丙基碘化铵	2	碘 (I)	40.8	40.1	0.7
		碘 (I)	40.1	40.1	0.0
四戊基碘化铵	2	碘 (I)	28.1	29.2	1.1
		碘 (I)	29.1	29.2	0.1
6-氯烟酰胺	1	氯 (Cl)	22.0	22.4	0.4
克罗米芬柠檬酸盐	1	氯 (Cl)	5.90	5.90	0.0
三氯蔗糖	1	氯 (Cl)	25.8	26.5	0.7
氯霉素	1	氯 (Cl)	21.4	21.9	0.5
盐酸氨溴索	1	溴 (Br)	38.3	38.6	0.3
盐酸胺碘酮	1	碘 (I)	37.6	37.1	0.5
[4-[(2-羟基十四烷基)氧基]苯基]苯基碘六氟锑酸盐	1	碘 (I)	16.7	16.9	0.2
苯扎氯铵	1	氯 (Cl)	9.49	9.52	0.03
富马酸氯马斯汀	1	氯 (Cl)	7.66	7.69	0.03
双氯芬酸钠	1	氯 (Cl)	22.1	22.3	0.2
1-丁基-3-甲基咪唑氯盐	1	氯 (Cl)	19.9	19.7	0.2

表C.2 正确度实验数据（续表）

标准物质	验证实验室 数目	检测元素	测定值/%	证书值/%	绝对误差/%
四甲基氯化铵	1	氯 (Cl)	31.5	32.1	0.6
四丙基氯化铵	1	氯 (Cl)	16.2	16.0	0.2

