

中华人民共和国国家标准

GB/T 12658—2008
代替 GB/T 12658—1990

纸、纸板和纸浆 钠含量的测定

Paper, board and pulp—Determination of sodium content



2008-08-19 发布

2009-05-01 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
包装地带

前 言

本标准代替 GB/T 12658—1990《纸浆、纸和纸板中钾、钠含量的测定》。

本标准与 GB/T 12658—1990 相比主要变化如下：

- 修改了标准名称；
- 增加了前言；
- 修改了范围(1990 版的第 1 章；本版的第 1 章)；
- 修改了试剂的要求(1990 版的第 4 章；本版的第 4 章)；
- 修改了仪器的要求(1990 版的第 5 章；本版的第 5 章)；
- 修改了样品采取和制备(1990 版的第 6 章；本版的第 6 章)；
- 修改了试验步骤，删减了钾的测定(1990 版的第 7 章；本版的第 7 章)；
- 增加了质量保证和控制(本版的第 8 章)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中国制浆造纸研究院。

本标准主要起草人：徐嵘、陈旭辉、顾浩飞、陈向阳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 12658—1990。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会负责解释。



纸、纸板和纸浆 钠含量的测定

1 范围

本标准规定了干湿法消化后采用火焰发射光谱法或火焰原子吸收光谱法测定绝缘用纸浆、纸和纸板中钠含量的方法。

本标准适用于各种绝缘浆、纸和纸板,本标准也适用于普通的纸浆、纸和纸板,但试料量需根据钠的含量进行调整。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 450 纸和纸板试样的采取及试样纵横向、正反面的测定(GB/T 450—2008,ISO 186:2002,MOD)

GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定(GB/T 462—2008,ISO 267:1985,ISO 638:1978,MOD)

GB/T 740 纸浆 试样的采取(GB/T 740—2003,ISO 7213:1981,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

将试样灰化后,溶于盐酸中,经火焰原子化后,测定钠 588.9 nm 谱线的发射强度或钠 588.9 nm 谱线的吸收值,所产生的发射强度或吸收值与试样的钠含量成正比,与标准工作曲线比较进行定量分析。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

4.1 水,GB/T 6682,三级。

4.2 盐酸(HCl), $\rho=1.18\text{ g/mL}$,质量分数为 36%~38%。

4.3 氯化铯溶液(CsCl ,分析纯,10 g/L),称取 1.0 g 氯化铯于 100 mL 烧杯中,用水溶解后移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,储存于聚乙烯塑料瓶中。该溶液为电离抑制剂,采用原子吸收光谱法时使用。

4.4 钠标准溶液 I, $\rho(\text{Na})=1\ 000\text{ mg/L}$,准确称取经 110 °C 烘干 2 h 后的光谱纯氯化钠 0.254 2 g 于 50 mL 的烧杯中,用水溶解并移入 100 mL 的容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.2),稀释至刻度,摇匀。储存在聚乙烯塑料瓶中备用。

4.5 钠标准溶液 II, $\rho(\text{Na})=50\text{ mg/L}$,用移液管移取 5.0 mL 的钠标准溶液 I(4.4)于 100 mL 的容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.2),用水稀释至刻度。

5 仪器

常规实验室仪器及

5.1 马弗炉,能保持温度在 $450\text{ °C}\pm 25\text{ °C}$ 。

GB/T 12658—2008

- 5.2 陶瓷坩埚,内表面洁白、平滑,100 mL。
- 5.3 分析天平:感量 0.001 g。
- 5.4 火焰发射光谱仪,或
- 5.5 原子吸收分光光谱仪,配钠空心阴极灯。

6 试样采取和制备

纸浆试样的采取按照 GB/T 740 的规定进行,纸和纸板试样的采取按照 GB/T 450 的规定进行。采样时应戴干净的手套采取试样,将样品剪碎(约 2 mm×2 mm),防止污染。称量前,试样应在天平附近平衡近 20 min。

7.1 试料的称取

每个样品称取三份试样,约 1 g(精确至 0.001 g),如样品的钠含量超出了工作曲线的范围,则根据检测值对试样量进行调整。同时称取两份试样按 GB/T 462 测定其水分。

7.2 空白试验

与试样的测定平行进行,取相同量的所有试剂,采用相同的分析步骤,但不加试样。

7.3 灰化处理

将装有试样的坩埚(5.2)放入马弗炉(5.1)中,敞开盖,马弗炉(5.1)不紧闭,以保证氧气充足。升温至 200 °C±25 °C,保持 1 h,再升温至 450 °C±25 °C,保持 4 h。完全灰化后,盖上坩埚盖,取出坩埚,自然降温至室温。

警告:注意高温,防止灼伤。

7.4 灰的溶解和试液的制备

仔细地沿壁向坩埚中滴入约 10 mL 的水,加入 2.5 mL 盐酸(4.2),移入 50 mL 的容量瓶中,再用少量水洗涤坩埚 3 次~4 次,洗涤液一并移入容量瓶中。如有沉淀,用快速定量滤纸过滤,然后用水稀释至刻度,摇匀。

如用原子吸收光谱法测定,定容前向容量瓶中准确地加入 0.5 mL 氯化铯溶液(4.3)。

7.5 钠含量的测定

7.5.1 原子吸收光谱法

7.5.1.1 用移液管分别移取 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 的钠标准溶液 II(4.5)于 50 mL 的容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸(4.2),0.5 mL 氯化铯溶液(4.3),用水稀释至刻度,摇匀。每毫升上述标准溶液分别含钠 0 μg,0.5 μg,1.0 μg,1.5 μg,2.0 μg,2.5 μg。

7.5.1.2 根据仪器操作手册设定参数,并使仪器操作参数最佳化。用空气-乙炔火焰,在 588.9 nm 处测定空白溶液、标准工作溶液、试样溶液的吸光度。钠的工作曲线是非线性曲线,当吸光度过高,可通过旋转燃烧头,使吸光度达到仪器的最佳值。

7.5.2 发射光谱法

7.5.2.1 用移液管分别移取 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 的钠标准溶液(4.5)于 50 mL 的容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸,用水稀释至刻度,摇匀。每毫升上述标准溶液分别含钠 0 μg,0.5 μg,1.0 μg,1.5 μg,2.0 μg,2.5 μg。

7.5.2.2 根据仪器操作手册设定参数,并使仪器操作参数最佳化。用空气-乙炔火焰,在 588.9 nm 处测定空白溶液、标准工作溶液、试样溶液的发射强度。

7.5.3 绘制校准曲线

绘制校准曲线,以计算试样溶液的钠含量。

7.5.4 计算结果

钠含量以钠的质量分数 X_{Na} 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X_{Na} = \frac{(X_1 - X_0) \times V}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_{Na} ——试样中钠的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X_1 ——试样溶液中钠的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- X_0 ——空白溶液中钠的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——定容的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的称干质量,单位为克(g)。

8 质量保证和控制

- 8.1 选择最佳温度和时间是灰化处理的关键,温度过高会造成钠的挥发损失,温度过低会使灰化不彻底,残留吸附,造成结果出现偏差。因马弗炉的个体差异,温度不易准确控制,建议同时做加标回收,如果回收率在90%~110%,测定结果可采用,否则,应调整灰化处理的温度和时间。
- 8.2 灰化处理后,当坩埚内表面呈现黑色或有碳粒残留,均是灰化不彻底的表现。
- 8.3 灰化处理时,为了氧气充足,灰化充分,马弗炉不应闭紧,坩埚应敞开。但应注意坩埚取出前应加盖,防止灰的飘飞,造成损失。在碳化过程中,会有烟排出,建议配合使用抽风装置。
- 8.4 在溶解灰时,应沿坩埚内壁滴水,防止灰的飘飞。
- 8.5 试样在称量前,应在天平附近平衡20 min,可避免因试样本身的水分变化而导致称量数据的不稳定。
- 8.6 当测定值不在工作曲线范围内,建议调整工作曲线范围或试样质量,不建议稀释样品。
- 8.7 注意坩埚的个体差异所引起的空白值的差异。建议使用同批生产的坩埚,不建议使用内表面粗糙变黄的坩埚。由于灰化不完全会导致坩埚有残留,建议坩埚使用前在700℃下灼烧1 h,然后用稀硝酸浸泡,冲洗干净。试验用的玻璃器皿应在使用前用稀硝酸浸泡,然后冲洗干净。

9 试验报告

试验报告应包括以下项目:

- a) 完整鉴定样品所需的全部资料;
- b) 试验中所观察到的任何异常现象;
- c) 本标准或规范性引用文件中未规定的,并可能影响测定结果的任何操作。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纸、纸板和纸浆 钠含量的测定
GB/T 12658—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 0.5 字数 7 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

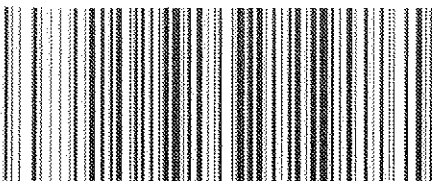
*

书号:165066·1-34487 定价 10.00 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

包装地带



GB/T 12658-2008