

ICS 71.080.01

CCS A43

# T/GAIA

## 广东省分析测试协会团体标准

T/GAIA 020—2023

### 水溶性有机化合物中氯、溴、碘元素总量的测定 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

2023-12-25 发布

2023-12-28 实施

广东省分析测试协会

发布

## 目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	2
4 方法原理.....	2
5 试剂和材料.....	2
6 仪器和设备.....	2
7 样品处理.....	2
8 分析步骤.....	2
9 结果计算与表示.....	3
10 精密度和正确度.....	4
11 质量保证与质量控制.....	4
12 安全使用注意事项.....	4
附录A（资料性） 仪器参数设置推荐.....	5
附录B（资料性） 波长选择参考及对应仪器检出限.....	6

## 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。

本文件由广东省分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：中山大学分析测试中心、广东省科学院测试分析研究所（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。

本文件主要起草人：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、碘元素总量的测定

## 电感耦合等离子体发射光谱法

### 1 范围

本文件规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-OES）测定水溶性有机化合物中氯、溴、碘元素的总量。

本文件适用于水溶性有机化合物中氯、溴、碘元素总量的测定，适用于对有含氯、溴、碘水溶性有机化合物进行纯度表征和质量控制。测定氯、溴、碘元素含量范围、称样量、定容体积、线性范围参见表1。

表1 氯、溴、碘元素称样量及定容体积参考范围

元素	元素波长 nm	元素占有机化合物 中的含量 %	称样量 g	定容体积 mL	线性范围 mg/L
氯	858.597 (近红外区域波长)	0.5~10	0.05~0.5	10~50	50~500
		10~40	0.005~0.05		
	134.724、135.165 (远紫外区域波长)	0.05~10	0.05~0.5	50~500	1~100
		10~40	0.005~0.05		
溴	863.886 (近红外区域波长)	0.5~10	0.05~0.5	10~50	10~500
		10~40	0.005~0.05		
	153.174、154.065 (远紫外区域波长)	0.05~10	0.05~0.5	50~500	1~100
		10~40	0.005~0.05		
碘	161.760、178.215、 178.276、 179.909、182.976	0.05~10	0.05~0.5	50~500	1~100
		10~40	0.005~0.05		

注：元素含量范围超过此范围也可用本方法测定，但精密度未作考察。

### 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 4842 氯

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

GB/T 27417-2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 方法原理

样品经水（5.2）溶解后，由载气（氩气）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。

### 5 试剂和材料

5.1 氩气：应符合 GB/T 4842 要求，体积分数 $\geq 99.99\%$ 。

5.2 水：应符合 GB/T 6682 规定的二级水标准。

5.3 氯元素标准储备溶液：1000 mg/L，有证标准溶液。

5.4 溴元素标准储备溶液：1000 mg/L，有证标准溶液。

5.5 碘元素标准储备溶液：1000 mg/L，有证标准溶液。

### 6 仪器和设备

6.1 电感耦合等离子体光谱仪，能检测氯、溴、碘元素，氯、溴元素的测定应具备有远紫外区域或近红外区域波长范围的仪器。

6.2 分析天平：称样量 $\geq 100$  mg 时，精确到 1 mg； $10$  mg $\leq$ 称样量 $< 100$  mg 时，精确到 0.1 mg；称样量 $< 10$  mg 时，精确到 0.01 mg。

6.3 可调移液器：推荐使用量程为 2  $\mu$ L~20  $\mu$ L，10  $\mu$ L~100  $\mu$ L，100  $\mu$ L~1000  $\mu$ L，1000  $\mu$ L~5000  $\mu$ L。

### 7 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。易吸水的样品需要在40°C~70°C之间干燥3小时以上，并在相对湿度应不大于50%环境下称样。称样量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（参见表1）。用水（5.2）溶解有机化合物并定容，同时制备相应的全程序空白溶液。

### 8 分析步骤

#### 8.1 ICP-OES 仪器参数设定

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。等离子体点燃后至少稳定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。

仪器参数设置推荐参见附录A，波长选择参考及对应仪器检出限参见附录B。

## 8.2 干扰的消除

### 8.2.1 物理干扰

因样品溶解后溶液的粘度、比重等物理特性与水相明显差异时，应考虑使用标准加入法进行校正。

### 8.2.2 光谱干扰

氯、溴、碘元素谱线重叠干扰较小，光谱干扰可以采取背景校正、干扰系数法、选择没有干扰的谱线等方法去避免。

### 8.2.3 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。测定样品之前，先用水（5.2）冲洗系统直至信号降到最低，待信号稳定后再开始测定。样品溶液中氯、溴、碘元素浓度小于50 mg/L建议冲洗时间2 min，大于等于50 mg/L建议冲洗时间3 min~5 min。

## 8.3 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，氯、溴、碘元素标准曲线系列浓度参照表2。除零点外，至少配制5个浓度点，曲线的相关系数应达到0.999以上。

表2 氯、溴、碘元素标准曲线系列浓度

元素	元素波长 nm	标准曲线系列浓度 mg/L
氯	858.597（近红外区域波长）	0、50、100、150、200、300、500
	134.724、135.165（远紫外区域波长）	0、1、2、5、10、20、50、100
溴	863.886（近红外区域波长）	0、10、20、50、100、200、300、500
	153.174、154.065（远紫外区域波长）	0、1、2、5、10、20、50、100
碘	161.760、178.215、178.276、179.909、182.976	0、1、2、5、10、20、50、100

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，至少配制5个浓度点，曲线的相关系数应达到0.999以上。

## 8.4 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。每个浓度点标准溶液及样品至少积分或测定3次。在分析每个样品前，先用水（5.2）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。

## 9 结果计算与表示

有机化合物中氯、溴、碘元素含量（质量分数）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，单位为mg/kg；

$C_{\text{检}}$ ——样品溶液所测得的待测元素浓度，单位为mg/L；

$C_{\text{空}}$ ——空白样品所测得的待测元素浓度，单位为mg/L；

$V$ ——定容体积，单位为mL；

$m$ ——样品质量，单位为g。

$W_{\text{样}}$ 的常用单位还可以是mg/g、%等相应倍数的分数单位，可使数值处于实用范围内。测定结果小数位数与不确定度保持一致，最多保留三位有效数字，数字修约按GB/T 8170要求进行。

## 10 精密度和正确度

### 10.1 精密度

分析结果的精密度按GB/T 27417-2017规定的方法进行测定，可按GB/T 27417-2017附录B进行评价。

### 10.2 正确度

应确保分析结果的正确度，可在样品分析过程中添加质控样品，质控样品可采用与分析样品具有相同或相似基体的有证标准物质，将其在相同条件下进行分析。如难以获得相同或类似基体的标准物质，可以采用在分析样品中添加一定量标准物质。将分析结果与有证标准物质或加入的标准物质进行比较，以评估其偏倚。正确度可按GB/T 27417-2017附录A进行评价。

## 11 质量保证与质量控制

11.1 未有特殊说明，仪器环境（温度、湿度等）和电源应满足该仪器说明书的规定。

11.2 实验所用器皿可能带来的污染，实验器皿在使用前用 20% 硝酸溶液浸泡至少 24 h，或用 50% 硝酸溶液煮沸并放置 15 min 后，用水（5.2）冲洗干净后方可使用。

11.3 通常情况下，标准曲线溶液应当在同一天配制和使用。

11.4 实验过程质控样品可每制备批样品或每 20 个样品做一次。可进行加标回收，其浓度应与校准曲线中间浓度相当，按照整个步骤进行预处理和测定，加标回收率应在 80%~120% 之间；也可以使用有证标准物质/样品代替加标，其检测值应在标准要求的范围内。

## 12 安全使用注意事项

12.1 高压气体钢瓶及杜瓦瓶应按相应安全操作规定使用。

12.2 仪器室应有符合要求的排风系统，等离子体炬焰中产生的废气应及时排出。

12.3 注意用电安全。

12.4 使用仪器前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。

12.5 关闭仪器时，应在等离子体熄灭情况下方可切断气体供应。

12.6 实验中产生的废液应集中收集，并清楚做好标记贴上标签，按规定交由有资质的处置单位进行统一处理。

附 录 A  
(资料性)  
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	使用远紫外区域谱线	使用近红外区域谱线
等离子体气流速	13.00 L/min~14.00 L/min	12.0 L/min
辅助气流速	0.80 L/min~1.50 L/min	0.2 L/min~0.3 L/min
载气流速	0.80 L/min~0.90 L/min	0.40 L/min~0.65 L/min
RF 功率	1300 W~1400 W	1500 W
中心管内径	1.8 mm	2.0 mm
蠕动泵转速	30 rpm或2.0 mL/min	1.0 mL/min~1.5 mL/min



附 录 B  
(资料性)  
波长选择参考及对应仪器检出限

波长选择参考及对应仪器检出限见表B.1。

表B.1 波长选择参考及对应仪器检出限

元素	波长 nm	仪器检出限 (mg/L)
氯 (Cl)	134.724 <sup>a</sup>	0.216
	135.165	0.162
	858.597 <sup>a</sup>	7.73
溴 (Br)	153.174	0.082
	154.065 <sup>a</sup>	0.276
	863.866 <sup>a</sup>	1.75
碘 (I)	161.760	0.022
	178.215	0.001
	178.276 <sup>a</sup>	0.006
	179.909 <sup>a</sup>	0.330
	182.976	0.072
<sup>a</sup> 为较常用波长。		

广东省分析测试协会团体标准  
水溶性有机化合物中氯、溴、碘元素总量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

T/GAIA 020—2023

\*

版权所有：广东省分析测试协会  
广州市先烈中路100号大院34栋4A-12-3  
网址：[www.gd-aia.org.cn](http://www.gd-aia.org.cn)

版权专有 侵权必究