



中华人民共和国国家标准

GB/T 20675—2006

制盐工业通用试验方法 铜离子的测定(原子吸收分光光度法)

General test method in salt industry—
Determination of copper ion(AAS)

2006-07-18 发布

2007-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
制盐工业通用试验方法
铜离子的测定(原子吸收分光光度法)
GB/T 20675—2006

*

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

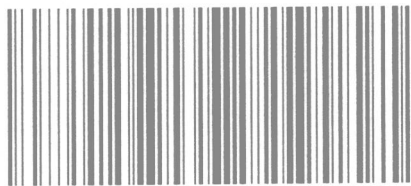
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 5 千字
2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-29036 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



GB/T 20675—2006

前 言

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国海湖盐标准化中心归口。

本标准由全国海湖盐标准化中心起草并负责解释。

本标准主要起草人：赵毅、李炳权、曹振宇。

制盐工业通用试验方法

铜离子的测定(原子吸收分光光度法)

1 范围

本标准规定了火焰原子吸收分光光度法测定盐产品中微量铜离子的测定方法。

本标准适用于食用盐、工业盐、低钠盐、强化营养盐、肠衣盐、氯化钾、氯化镁、硫酸镁及硫酸钠中微量铜离子的测定。

本方法的检测范围是:0.02 mg/kg~2.0 mg/kg;检出限为:0.02 mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

JJG 694 原子吸收分光光度计检定规程

3 原理

试样经处理后,调节 pH $\approx$ 4,以吡咯烷二硫代氨基甲酸铵络合铜离子,甲基异丁基甲酮萃取,有机相导入原子吸收分光光度计中,原子化以后,吸收 324.8 nm 共振线,其吸收值与铜含量成正比,与标准系列比较定量。

4 试剂

4.1 试剂和水:除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂;水应符合 GB/T 6682 中的二级水。

4.2 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵($C_5H_{12}N_2S_2$,简称 APDC)水溶液(10 g/L):称取 APDC 0.50 g 于 100 mL 烧杯中,加水 50 mL,搅拌溶解,过滤后使用。用时新配。

4.3 氨水。

4.4 硝酸(高纯)。

4.5 盐酸(0.5 mol/L):取 12 mL 盐酸置于适量水中,再稀释至 500 mL。

4.6 抗坏血酸溶液(200 g/L):称取 10.0 g 抗坏血酸,溶于 50 mL 水中(测定铁强化营养盐中铜离子时用,用时新配)。

4.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH $\approx$ 4):称取乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)54.4 g,溶于水,加冰乙酸 92 mL,稀释至 1 000 mL。

4.8 甲基异丁基甲酮($C_6H_{12}O$,简称 MIBK)。

4.9 铜标准溶液(1 000 mg/L):准确称取 1.000 0 g 金属铜(99.99%),分次加入硝酸(4+6)溶解,总量不超过 37 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.10 铜标准工作溶液(10 mg/L):准确吸取 1.00 mL 铜标准溶液(4.9),置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

4.11 甲基橙溶液(1 g/L):称取 0.10 g 甲基橙溶于 100 mL 水中。

5 仪器和设备

- 5.1 原子吸收分光光度计(符合 JJG 694 要求)。
- 5.2 微量移液管系列。
- 5.3 实验室常用仪器和设备。

6 分析步骤

6.1 样品处理

称取样品 5 g,称准至 0.01 g,于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水溶解,加 0.5 mL 硝酸(4.4),加热煮沸至有盐析出,冷却后用少量水冲洗烧杯壁,然后加几滴甲基橙溶液(4.11),滴加氨水(4.3)至溶液呈黄色,再用盐酸(4.5)调节至溶液颜色恰呈红色。

6.2 仪器参考条件

波长:324.8;带宽:0.7 nm;灯头高度:5 mm;空气-乙炔贫焰。

6.3 标准曲线

取 4 支 50 mL 标准磨口比色管,分别加铜标准工作溶液(4.10)0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.0 mL,各加乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.7)0.5 mL,摇匀,加 APDC 溶液(4.2)2.0 mL,加少量水,充分混匀后,加 MIBK 溶液(4.8)5.0 mL,剧烈振荡萃取 2 min,加水使有机相升高至比色管口,于原子吸收分光光度计上,以水作空白,将有机相喷入火焰,测量吸光度。将测得的吸光度与对应铜浓度作图绘制标准曲线或计算出线性回归方程。

6.4 样品测定

将 6.1 中处理的样品全部转移至 50 mL 标准磨口比色管中,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.7)0.5 mL,摇匀,加 APDC 溶液(4.2)2.0 mL,充分混匀后,加 MIBK 溶液(4.8)5.0 mL,剧烈振荡萃取 2 min,加水使有机相升高至比色管口,于原子吸收分光光度计上,将有机相喷入火焰,测定吸光度。由样品溶液的吸光度,在标准曲线上查得样品溶液中铜的量,或将样品溶液的吸光度代入标准曲线线性回归方程中,计算得到样液中铜的量。

注:测定铁强化营养盐样品时,采用标准加入法,不加乙酸-乙酸钠缓冲溶液,改为加入盐酸溶液(4.5)1.0 mL,抗坏血酸溶液(4.6)1.0 mL,摇匀后加入 APDC 溶液(4.2)2.0 mL,以下同 6.4。

6.5 结果计算

样品中铜含量按式(1)计算:

$$\omega = \frac{m_x}{5.0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω ——试样中铜含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

m_x ——测得样品溶液中铜的量,单位为微克(μg);

5.0——称取试样量,单位为克(g)。

7 允许误差

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 20%。