



中华人民共和国国家标准

GB/T 18962—2003

制盐工业通用试验方法 铅离子的测定(原子吸收分光光度法)

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



2003-01-27 发布

2003-07-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

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。

本标准起草单位：全国海湖盐标准化中心。

本标准主要起草人：王志斌、赵毅、李炳权。

引 言

本方法由 GB 5461—2000《食用盐》中分离出来,列入 GB/T 13025《制盐工业通用试验方法》系列标准中。本方法与 GB/T 13025.9—1991《制盐工业通用试验方法 铅离子的测定(光度法)》均可用于食用盐中铅离子的测定。本方法还可适用于工业盐、低钠盐、强化营养盐、自然盐、加氟盐、肠衣盐、液体盐、氯化钾、氯化镁、硫酸镁及硫酸钠中微量铅离子的测定。

制盐工业通用试验方法

铅离子的测定(原子吸收分光光度法)

1 范围

本标准规定了溶剂萃取——火焰原子吸收分光光度法测定铅离子的方法。

本标准适用于食用盐、工业盐、低钠盐、强化营养盐、自然盐、加氟盐、肠衣盐、液体盐、氯化钾、氯化镁、硫酸镁及硫酸钠中微量铅离子的测定。检测范围为 $0 \sim 1.5 \mu\text{g/g}$ 。

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 5461—2000 食用盐

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

JJG 694 原子吸收分光光度计

3 原理

试样经消化后,调节 $\text{pH} \approx 4$,以吡咯烷二硫代氨基甲酸铵络合铅离子,用甲基异丁基甲酮萃取,火焰原子吸收分光光度法测定。

4 试剂和溶液

4.1 试剂:除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.2 水:GB/T 6682—1992,二级。

4.3 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_2$,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。

4.4 氨水。

4.5 硝酸(高纯)。

4.6 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.7 抗坏血酸溶液:200 g/L(测定铁强化营养盐中铅离子时用)。

4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH} \approx 4$):称取乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)54.4 g,溶于水,加冰乙酸 92 mL,稀释至 1 000 mL。

4.9 甲基异丁基甲酮($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$,简称 MIBK)。

4.10 铅标准溶液:50 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液。

称取硝酸铅 1.598 5 g,精确到 0.1 mg,溶于水中,加硝酸 2 mL,转移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。临用时稀释 20 倍得 50 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液。

4.11 甲基橙溶液:1 g/L。

5 仪器、设备

- 5.1 原子吸收分光光度计:符合 JJG 694 要求。
- 5.2 仪器参数选定:波长 283.3 nm;光谱带宽 0.7 nm;空气-乙炔贫火焰。
- 5.3 50 μL 微量吸移管。

6 分析步骤

6.1 限量法

6.1.1 样品测定

称取样品 5 g,精确到 0.1 g,于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 水溶解,加入硝酸(4.5)0.5 mL,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,滴加氨水至溶液呈黄色,再用盐酸溶液(4.6)调节至溶液颜色恰呈红色(或 pH≈4),将溶液转移至 25 mL 比色管中(A 管),另取一支 25 mL 比色管(B 管),加入相当于 GB 5461—2000 中规定指标的铅标准溶液(4.10),然后分别向 A 管、B 管中加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.8)0.5 mL,摇匀,再加 APDC 溶液(4.3)2.0 mL,充分混匀后,加 MIBK 溶液(4.9)2.0 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,分别测定 A 管、B 管的吸光度。

- 注 1:测定锌强化营养盐样品时,不加乙酸-乙酸钠缓冲溶液,改为加入盐酸溶液(4.6)1.0 mL,摇匀后加入 APDC 溶液(4.3)2.0 mL,以下同 6.1.1。
- 注 2: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(4.6)1.0 mL,抗坏血酸溶液(4.7)1.0 mL,摇匀后加入 APDC 溶液(4.3)2.0 mL,以下同 6.1.1。

6.1.2 结果的表示

测定样品溶液(A 管)的吸光度低于或等于铅标准溶液(B 管)者为合格,超过者为不合格。

6.2 定量法

6.2.1 标准曲线

取四支 25 mL 标准磨口比色管,分别加入铅标准溶液(4.10)0、50、100、150 μL,各加乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.8)0.5 mL,摇匀,加 APDC 溶液(4.3)2.0 mL,充分混匀后,加 MIBK 溶液(4.9)2.0 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,测量吸光度。将测得的吸光度与对应铅浓度作图或计算出线性回归方程式。

6.2.2 样品测定

同 6.1.1 中 A 管的操作步骤。由样液的吸光度值,在标准曲线图上查得样液中铅的量,或将样液的吸光度值代入标准曲线线性回归方程中,计算得到样液中铅的量。

6.2.3 结果计算

试样含铅量按式(1)计算:

$$c = \frac{m}{5} \dots\dots\dots (1)$$

- 式中:
- c——试样中铅含量,单位为微克每克(μg/g);
- m——测得样液中铅的质量,单位为微克(μg);
- 5——试样质量,单位为克(g)。

6.2.4 允许误差

铅含量测定允许误差见表 1。

表 1 允许误差 单位为微克/克

铅含量	允许误差
0~1.5	0.10

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

GB/T 18962—2003

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字
2003年6月第一版 2003年6月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号:155066·1-19492 定价 8.00 元

网址 www.bzcbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 18962—2003