



中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.9—2012
代替 GB/T 13025.9—1991, GB/T 18962—2003

GB/T 13025.9—2012

制盐工业通用试验方法 铅的测定

General test method in salt industry—Determination of lead

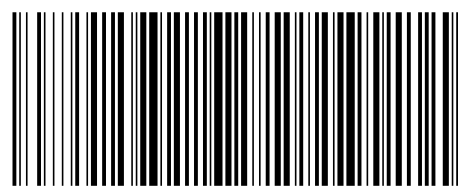
中华人民共和国
国家标准
制盐工业通用试验方法 铅的测定
GB/T 13025.9—2012

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 1 字数 20 千字
2012年9月第一版 2012年9月第一次印刷

*
书号: 155066·1-45430 定价 18.00 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)68510107



GB/T 13025.9—2012

2012-06-29 发布

2012-12-01 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

前 言

本部分为制盐工业通用试验方法系列标准之一,该系列标准目前分为以下 13 部分,必要时,其他试验方法标准将在后续工作中补充制定。

- GB/T 13025.1 制盐工业通用试验方法 粒度的测定;
- GB/T 13025.2 制盐工业通用试验方法 白度的测定;
- GB/T 13025.3 制盐工业通用试验方法 水分的测定;
- GB/T 13025.4 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定;
- GB/T 13025.5 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定;
- GB/T 13025.6 制盐工业通用试验方法 钙和镁的测定;
- GB/T 13025.7 制盐工业通用试验方法 碘的测定;
- GB/T 13025.8 制盐工业通用试验方法 硫酸根的测定;
- GB/T 13025.9 制盐工业通用试验方法 铅的测定;
- GB/T 13025.10 制盐工业通用试验方法 亚铁氰根的测定;
- GB/T 13025.11 制盐工业通用试验方法 氟的测定;
- GB/T 13025.12 制盐工业通用试验方法 钡的测定;
- GB/T 13025.13 制盐工业通用试验方法 砷的测定。

本部分为 GB/T 13025 的第 9 部分。

本部分依据 GB/T 1.1—2009 的规则编制。

本部分代替 GB/T 13025.9—1991《制盐工业通用试验方法 铅离子的测定(光度法)》和 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)》。本部分与 GB/T 13025.9—1991 相比除编辑性修改外主要变化如下:

- 整合了火焰原子吸收分光光度法;
- 增加了氢化物原子荧光光度法;
- 增加了氢化物原子吸收分光光度法。

本部分由中国轻工业联合会提出,全国盐业标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:全国海湖盐标准化中心、青海省盐业股份有限公司。

本部分主要起草人:赵毅、于秀玲、温怀柯。

本部分历次版本发布情况为:

- GB/T 13025.9—1991;
- GB/T 18962—2003。

1 mL 盐酸羟胺溶液(6.2.7)和 2 滴酚红指示剂(6.2.4),用氨水(6.2.2)调至微红色(pH 为 8.5~9.0),再加 2 mL 氰化钾溶液(6.2.9),混匀。加 10 mL 双硫脲使用液(6.2.6),剧烈振摇 1 min,静置分层后,四氯化碳层经脱脂棉滤入 1 cm 比色池中,以四氯化碳调节零点,于 510 nm 波长处测吸光度,氰化钾废液的处理参见附录 A。

标准测定液:取相当于产品标准规定铅含量极限值的铅标准使用液于 125 mL 分液漏斗中,加入 25 mL 氯化钠溶液(6.2.10),其余处理同试样测定液,测定其吸光度。

将试样测定液吸光度与标准测定液吸光度进行比较。

6.4.2.2 标准曲线法

试样测定液的制备同 6.4.2.1。

系列标准的制备:吸取 0.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、7.5 mL 铅标准使用液(6.2.11)(相当于铅的质量为:0.5 μg、10 μg、15 μg),分别置于 125 mL 分液漏斗中,加入 25 mL 氯化钠溶液(6.2.10),其余处理同 6.4.2.1 试样测定液。

标准曲线各点吸收值减去零点吸收值后,绘制标准曲线或计算一元回归方程,试样与曲线比较定量。

6.5 计算

试样中铅含量以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(5)计算:

$$\omega = \frac{\rho}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

ρ ——试样测定液中铅的质量,单位为微克(μg);

m ——试样测定液中试样质量,单位为克(g)。

6.6 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于其算术平均值的 10%。

制盐工业通用试验方法 铅的测定

1 范围

GB/T 13025 的本部分规定了盐产品中铅的测定方法。
本部分适用于盐产品中铅的测定。

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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 氢化物原子荧光光度法

3.1 原理

酸性条件下,试样中的铅与硼氢化钠反应生成铅的挥发性氢化物(PbH_4),由载气带入石英原子化器受热分解为原子态铅,在特制铅空心阴极灯的照射下,基态铅原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度在固定条件下与铅含量成正比,与标准系列比较定量。

3.2 试剂

3.2.1 试剂规格

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

3.2.2 硼氢化钠溶液(15 g/L)

称取 3.00 g 硼氢化钠和 1.00 g 氢氧化钠,溶于 200 mL 水中,用时新配。

3.2.3 盐酸溶液(1+1)

量取 250 mL 浓盐酸,溶于 250 mL 水中。

3.2.4 铁氰化钾溶液(100 g/L)

称取 10.0 g 铁氰化钾,加水溶解并稀释至 100 mL。

3.2.5 草酸溶液(20 g/L)

称取 2.0 g 草酸,加水溶解并稀释至 100 mL。

3.2.6 盐酸溶液(2+98)

量取 10.0 mL 浓盐酸溶于 490 mL 水中。此溶液为载液。