

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(光度法)

GB 13025.9-91

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了双硫腙络合、四氯化碳萃取、光度法测定铅离子的方法。

本标准适用于食用盐中微量铅离子的测定。检测范围为 0.1~1.0 $\mu\text{g/mL}$ (以 Pb 计)。

本方法与原子吸收分光光度法均可用于食用盐中铅离子的测定,本法为仲裁法。

2 引用标准

GB 5461 食用盐

GB 6682 实验室用水规格

GB 8618 制盐工业主要产品取样方法

GB 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样经消化后,调节 pH 8.5~9.0,铅离子与双硫腙生成红色络合物,溶于四氯化碳,加入柠檬酸铵、盐酸羟胺和氰化钾,防止铁、铜、锌等离子干扰,与标准比较定量。

4 试剂

本标准中所用的水应符合 GB 6682 中三级水规格。

本标准中所用试剂的纯度应在分析纯以上。

4.1 氨水溶液(1+1), (1+99)。

4.2 盐酸溶液[$c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$]

量取 100 mL 盐酸,稀释至 200 mL。

4.3 盐酸羟胺溶液(200 g/L)

称取 20.0 g 盐酸羟胺,加 30 mL 水溶解,加 2 滴酚红指示液,加氨水溶液(1+1),调 pH 8.5~9.0,用双硫腙-四氯化碳溶液(0.1 g/L)萃取数次,每次 10 mL,至四氯化碳层绿色不变,弃去四氯化碳层,再用四氯化碳洗 2~3 次,每次 5 mL,弃去四氯化碳层,水层加盐酸溶液[$c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$]调至酸性,稀释至 100 mL。

4.4 柠檬酸铵溶液(200 g/L)

称取 50.0 g 柠檬酸铵,溶于 100 mL 水中,加 2 滴酚红指示液,加氨水溶液(1+1),调 pH 8.5~9.0,用双硫腙-四氯化碳溶液(0.1 g/L)萃取数次,每次 10 mL,至四氯化碳层绿色不变,弃去四氯化碳层,再用四氯化碳洗 2~3 次,每次 5 mL,弃去四氯化碳层,稀释至 250 mL。

国家技术监督局 1991-07-03 批准

1992-04-01 实施

4.5 氰化钾溶液(100 g/L)

4.6 四氯化碳。

4.7 氯化钠溶液(200 g/L)

称取 20.0 g 氯化钠,溶于水中,加 2 滴酚红指示液,加氨水溶液(1+1),调 pH 8.5~9.0,用双硫脲-四氯化碳溶液(0.1 g/L)萃取数次,每次 10 mL,至四氯化碳层绿色不变,弃去四氯化碳层,再用四氯化碳洗 2~3 次,每次 5 mL,过滤,加 5 mL 硝酸[$c(\text{HNO}_3)=15.8 \text{ mol/L}$],稀释至 100 mL。

4.8 双硫脲溶液

4.8.1 双硫脲溶液(1.0 g/L 四氯化碳溶液),保存冰箱中。

称取 0.50 g 磨细的双硫脲,溶于 50 mL 四氯化碳中,移入 250 mL 分液漏斗,用氨水溶液(1+99)萃取三次,每次 100 mL,萃取液过滤入 500 mL 分液漏斗,加盐酸溶液[$c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$]调至酸性,沉淀出的双硫脲用四氯化碳萃取三次,每次 200、200、100 mL,合并四氯化碳,贮于塑料瓶中,混匀。

4.8.2 双硫脲使用液

取 1.0 mL 双硫脲溶液(1.0 g/L),加四氯化碳至 10.0 mL,混匀,用 1 cm 吸收池,以四氯化碳调节零点,于波长 510 nm 测定吸收光度(A),按下式算出配制 100 mL 双硫脲使用液(70%透光率)所需双硫脲溶液(1.0 g/L)的毫升数(V)。

$$V = \frac{10(2 - \lg 70)}{A} = \frac{1.55}{A}$$

4.9 铅标准溶液(1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb)

称取 0.160 0 g 硝酸铅,精确至 0.000 1 g,溶解于 10 mL 硝酸溶液(1+9),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。临用时吸取 10.00 mL,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 2 μg Pb。

4.10 酚红指示液(1 g/L)

称取 0.10 g 酚红,溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

5 仪器

所用玻璃仪器均用 10%硝酸浸泡 2 h 以上,用自来水反复冲洗,最后用蒸馏水冲洗干净。

5.1 一般实验室仪器。

5.2 分光光度计:符合 GB 9721 之规定。

6 样品

6.1 采样

符合 GB 8618 规定。

6.2 试样溶液制备:200 g/L。

称取 20.0 g 盐样,溶于 80 mL 水中,加 20 mL 硝酸溶液(1+1),煮沸 15 min,注意勿溅失,冷却后移入 100 mL 容量瓶,稀释至刻度,混匀,干滤纸过滤。

7 分析步骤

吸取 25.00 mL 试样溶液,移入分液漏斗,加 2 mL 柠檬酸铵溶液(200 g/L)、1 mL 盐酸羟胺溶液(200 g/L)、2 滴酚红指示液(1 g/L),用氨水溶液(1+1)调 pH 8.5~9.0(呈微红色),加 2 mL 氰化钾溶液(100 g/L)(剧毒!。切勿带入口中,手指破伤严禁操作),混匀,加 10 mL 双硫脲使用液,振摇萃取 1 min,静止分层后,有机层滤入吸收池,所呈红色与标准比较。

标准是取符合 GB 5461 规定相应铅标准溶液,加入 25 mL 氯化钠溶液(200 g/L),与试剂同样处理。光度法测定,应按下述条件:测定波长 510 nm,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比。