



中华人民共和国国家标准

GB 13025.9—91

制盐工业通用试验方法 铅离子的测定(光度法)

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

1991-07-03 发布

1992-04-01 实施

国家技术监督局 发布

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

本标准规定了双硫脲络合、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 μg/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,铅离子与双硫脲生成红色络合物,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,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,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