

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2211—2008

蜂皇浆中铅和镉的测定 石墨炉原子吸收光谱法

Determination of lead, cadmium in royal jelly—
Graphite furnace atomic absorption spectrometry method

2008-11-18 发布

2009-06-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

前 言

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈春、谢文、张伟、俞俊、陈笑梅。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

蜂皇浆中铅和镉的测定

石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了蜂皇浆中铅和镉的石墨炉原子吸收测定方法。

本标准适用于蜂皇浆中铅、镉含量的测定。

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 601 化学试剂滴定溶液的配制

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 方法提要

试样经干法消化或微波消解并稀释定容,以石墨炉原子吸收光谱法进行测定。

4 试剂

除非另有说明,在分析中使用优级纯的试剂,试验用水符合 GB/T 6682 中二级用水的规定。

4.1 硝酸。

4.2 过氧化氢:分析纯。

4.3 磷酸二氢铵:分析纯。

4.4 硝酸溶液(1+1,体积比):取 50 mL 硝酸(4.1)用水稀释至 100 mL。

4.5 硝酸溶液(1+99,体积比):取 1 mL 硝酸(4.1)用水稀释至 100 mL。

4.6 磷酸二氢铵溶液(20 g/L):称取 2.0 g 磷酸二氢铵以水溶解稀释至 100 mL。

4.7 铅标准储备液 1 000 mg/L:按照 GB/T 601 标准配制,或购买有证标准物质。

4.8 镉标准储备液 1 000 mg/L:按照 GB/T 601 标准配制,或购买有证标准物质。

4.9 铅标准工作液(50 $\mu\text{g/L}$):用硝酸溶液(4.4)逐级稀释铅标准储备液(4.7),最终含铅 50 $\mu\text{g/L}$,用时现配。

4.10 镉标准工作液(10 $\mu\text{g/L}$):用硝酸溶液(4.4)逐级稀释镉标准储备液(4.8)最终含镉 10.0 $\mu\text{g/L}$,用时现配。

5 仪器和设备

5.1 原子吸收分光光度计:配置石墨炉和铅、镉元素空心阴极灯。

5.2 分析天平:感量为 0.001 g。

5.3 微波消解装置。

5.4 马弗炉。

5.5 可调压电炉。

6 分析步骤

6.1 试样消解及灰化

6.1.1 干法灰化

将样品混匀,称取 2.5 g(精确至 0.001 g),置于 50 mL 瓷坩埚中,加入 1 mL~2 mL 硝酸(4.1),浸泡 5 h。将坩埚置于电炉上,小心蒸干,炭化至不冒烟为止,转移至马弗炉中 450 °C 灰化 2 h。取出,冷却后,加数滴硝酸(4.1)于坩埚内的试样残渣中,再转入 450 °C 马弗炉中继续灰化 1 h~2 h,至试样呈灰白状,从炉中取出放冷后,用 5 mL 硝酸(4.3)溶解残渣,将溶液转移至 25 mL 容量瓶中,用 10 mL 水冲洗坩埚三次,并入容量瓶中,定容至刻度,充分混匀。

6.1.2 微波消解

将样品混匀,称取 1.0 g(精确至 0.001 g),置于 100 mL 微波消解罐中,加入 4.0 mL 硝酸(4.1) 2.0 mL 过氧化氢(4.2),轻轻摇匀,盖紧消化罐的上盖,放入微波消解装置中,参照附录 A 微波消解装置工作条件设定好温度、功率后进行消解,消解结束后,冷却,加热赶酸,用 4 mL 水分二次冲洗消解罐并转移至 10 mL 容量瓶中,定容至刻度,混匀,待测。

注:试样的制备可选择上述方法中的任何一种。

6.1.3 标准曲线的制备

用 50 μg/L(4.9)的标准使用液稀释配制完成铅的标准曲线系列浓度:0.0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0 μg/L,用 10 μg/L(4.10)的标准使用液稀释配制完成镉的标准曲线系列浓度:0.0、1.0、2.0、3.0、4.0 μg/L。进样量为 10 μL,同时加 2 μL 磷酸二氢铵溶液(4.6)基体改进剂。测定吸光度,使用曲线拟合自动绘制标准曲线。

6.1.4 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

6.2 测定

6.2.1 仪器测试条件:石墨炉原子吸收光谱仪工作参考条件参见附录 B。

6.2.2 试样测定:分别吸取样液和试剂空白各 10 μL 注入石墨炉,同时加 2 μL 磷酸二氢铵溶液(4.6)基体改进剂,测得其吸光度值。

7 结果计算

试样中铅、镉含量按式(1)进行计算:

$$X_i = \frac{(c_{i1} - c_{i0}) \times V}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_i ——各被测元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_{i1} ——从标准曲线上查得试样溶液中各被测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c_{i0} ——从标准曲线上查得空白溶液中被测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试样消化液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

8 测定低限、回收率和精密度

8.1 测定低限

本方法铅的测定低限为 0.05 mg/kg,镉的测定低限为 0.01 mg/kg。

8.2 回收率

回收率结果见表 1。

表 1 蜂皇浆中铅、镉回收率数据表

元素名称	添加水平/(mg/kg)	回收率/%	相对标准偏差/%
铅	0.050	84.0~102.0	6.1
	0.100	87.0~97.0	4.9
	0.500	92.0~102.4	5.7
镉	0.010	85.0~104.0	7.6
	0.050	88.2~97.2	6.2
	0.100	92.3~103.2	4.4

附 录 A
(资料性附录)
微波消解装置工作条件¹⁾

表 A.1 微波消解装置工作条件表

步 骤	功率/W	保持时间/min
1	250	1
2	0	1
3	250	5
4	450	5
5	500	5

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在麦尔斯通 Milestone-1200 微波消解仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

附 录 B
(资料性附录)
石墨炉程序工作条件¹⁾

表 B.1 石墨炉程序升温工作条件

步骤	程序	温度/℃		升温时间/s		氩气流速/(L/min)
		Pb	Cd	Pb	Cd	
1#	干燥	85	85	5	5	3.0
		95	95	30	20	3.0
		120	120	10	10	3.0
2#	灰化	500	350	8	7	最后 1 s 停气
3#	原子化	2 400	1 700	3	3	0
4#	清除	2 500	1 800	2	2	3.0

表 B.2 石墨炉原子吸收光谱仪工作条件

检测条件	灯电流/mA	狭缝/nm	波长/nm
Cd	4.0	0.5	228.8
Pb	5.0	0.5	283.3

- 1) 非商业性声明:附录 B 所列参数是在 Varian-640 原子吸收分光光度计上完成的,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
蜂皇浆中铅和镉的测定
石墨炉原子吸收光谱法
SN/T 2211—2008

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

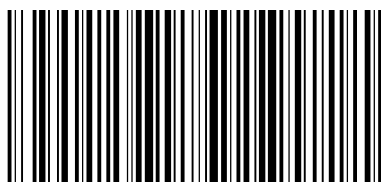
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2009年2月第一版 2009年2月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-19479 定价 8.00 元



SN/T 2211—2008