



中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.12—2012
代替 GB/T 13025.12—1994

制盐工业通用试验方法 钡的测定

General test method in salt industry—Determination of barium

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 12 部分。

本部分依据 GB/T 1.1—2009 的规则编制。

本部分代替 GB/T 13025.12—1994《制盐工业通用试验方法 钡离子的测定》,本部分与 GB/T 13025.12—1994 相比除编辑性修改外主要变化如下:

- 优化了石墨炉条件参数;
- 确定了检测结果的精密度;
- 删除了原标准中的比浊法。

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、天津市北辰区卫生防病站。

本部分主要起草人:赵毅、顾文奎。

本部分历次版本发布情况为:

- GB/T 13025.12—1994。

制盐工业通用试验方法 钡的测定

1 范围

GB/T 13025 的本部分规定了盐产品中钡的测定方法。

本部分适用于盐产品中钡的测定。

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 原理

试样经适当处理后,注入石墨炉原子化器,所含的钡在石墨管内经高温蒸发解离为原子蒸气,基态原子吸收来自钡空心阴极灯发出的共振线,其吸收强度在一定范围内与钡浓度成正比。

4 试剂

4.1 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。

4.2 硝酸铵溶液(300 g/L)

称取 30 g 硝酸铵,溶于 100 mL 水中。

4.3 钒溶液(1.0 mg/mL)

称取 0.178 5 g 五氧化二钒,溶于 100 mL 盐酸溶液(5+95)中。

4.4 硅溶液(1.0 mg/mL)

称取 0.883 8 g 硅酸钠($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),溶于 100 mL 水中。

4.5 硝酸溶液(2+98)

吸取 2 mL 高纯硝酸,溶于 98 mL 水中。

4.6 钡标准储备液(1.00 mg/mL)

称取 1.779 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),称准至 0.001 g,加无二氧化碳水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,备用。

4.7 钡标准使用液(10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

吸取 5.00 mL 钡标准储备液(4.6)稀释至 500 mL。

5 仪器

5.1 石墨炉原子吸收分光光度计。

5.2 钡元素空心阴极灯。

6 分析步骤

6.1 仪器参数

波长:553.6 nm,光谱带宽:0.2 nm。

石墨炉升温程序见表1。

表 1

步骤	干燥	灰化	原子化
温度/℃	120	1 100	2 600
保持时间/s	30	30	5

6.2 标准曲线

取四支 10 mL 标准磨口比色管,分别加入 0 μL 、20 μL 、40 μL 、60 μL 钡标准使用液(4.7),相当于钡的质量浓度为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.020 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.40 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.60 $\mu\text{g}/\text{mL}$,加入 2.0 mL 硝酸铵溶液(4.2),1.0 mL 钒溶液(4.3),0.5 mL 硅溶液(4.4)和 0.2 mL 硝酸溶液(4.5),加水至刻度,摇匀后,取 20 μL 进样测定,将测得的吸光度与对应的钡的质量浓度作标准曲线。

6.3 试样测定

称取 10.00 g 食用盐试样,加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,然后吸取 500 μL 于 10 mL 比色管中,加入 2.0 mL 硝酸铵溶液,1.0 mL 钒溶液,0.5 mL 硅溶液和 0.2 mL 硝酸溶液,加水至刻度,摇匀,制得试样测定液,取 20 μL 进样测定,由测得吸光度从标准曲线查出试样测定液中钡的质量浓度,并计算试样中的钡含量。

7 计算

试样中钡含量以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{\rho \times V}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——试样测定液中钡的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试样测定液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样测定液中试样质量,单位为克(g)。

8 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算术平均值的 20%。