|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 71.040 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png GXAS |   B60/79 |

团体标准

T/GXAS      —XXXX

松香中金属元素的测定 第1部分：铁

Rosin determination of metal elements Part 1: Iron

（本草案完成时间：2023-05-10）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

广西标准化协会  发布

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西壮族自治区林业科学研究院提出。

本文件由广西松脂标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区林业科学研究院、广西华测检测认证有限公司、广西创跃化工有限公司、国家松脂林化产品质量检验检测中心（广西）、广西标准化协会、广西金秀松源林产化工有限公司、广西梧州日成林产化工股份有限公司。

本文件主要起草人：李桂珍、梁忠云、莫淇斐、覃石凤、陆银英、陈家豪、陈梓熙、林枫、凌鑫、谢宏昭、黄卫强、覃柳妹、秦荣秀、李春燕、梁鹏、梁喜鸾、陈海燕、苏颖、吴嘉超、莫锦涛。

松香中金属元素的测定 第1部分：铁

* 1. 范围

本文件界定了松香中金属元素铁的测定的术语和定义，阐述了测定原理，规定了试剂和材料、仪器和设备要求，描述了分析步骤、结果计算及精密度等内容。

本文件适用于松香中金属元素铁的测定。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 分析实验室用水规格和试验方法

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

松香 rosin

松香为松科松属若干植物中渗出的油树脂，经蒸馏或提取除去挥发油后所余固体树脂。



金属元素 metallic element

具有金属通性的元素。

* 1. 原理

试样经过消解后，样品中的铁在盐酸羟胺溶液中反应，使三价铁还原成二价铁，在PH4～5条件下，二价铁与邻菲罗啉生成橙红色络合物，于510nm波长处测定吸光度值并与标准系列比较定量。

* 1. 试剂和材料

除非另有说明，本方法所使用试剂均为分析纯，实验用水为GB/T 6682规定的三级水。

* + 1. 试剂

盐酸（HCl）：优级纯。

盐酸羟胺（NH3OHCl）

氢氧化钠（NaOH）

邻菲罗啉（C12H8N2.H2O）

* + 1. 试剂配制

盐酸溶液（1+1）：量取50mL浓盐酸用水稀释至100mL。

盐酸羟胺溶液（100g/L）：称取10g盐酸羟胺，溶于100mL水中。

氢氧化钠溶液（2mol/L）：称取80g氢氧化钠溶于水，用水稀释至1L。

邻菲罗啉溶液（1g/L）：称取0.1g邻菲罗啉溶于100mL棕色容量瓶中，稍加热使其溶解。

* + 1. 标准品

铁标准溶液：1000mg/L。或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的铁标准溶液。

* + 1. 标准溶液配制

铁标准使用液（10mg/L）：准确吸取1000mg/L铁标准溶液5.0mL于500mL容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

* 1. 仪器和设备

紫外分光光度计。

瓷坩埚:100mL。

分析天平：感量0.1mg。

可调节电炉。

马弗炉。

容量瓶：50mL。

* 1. 分析步骤
     1. 试样制备

在采样和试样制备过程中，应注意不使试样污染，应避免使用含铁器具。

松香样品去除杂质后，粉碎均匀，储存于样品袋中。

* + 1. 试样消解

将洗净的坩埚（新坩埚可用6mol/L盐酸水溶液浸泡处理，洗净）放在马弗炉中灼烧至恒重，备用。

称取试样20g（精确至0.0001g），置于已恒重的100mL瓷坩埚中，在通风橱内用可调节电炉或电热板加热炭化，开始慢慢升温融化样品，待融化完全后再逐渐升温，以样品不溅出为宜，直至炭化完全，炭化后样品呈黑色或略带黄棕色。将炭化后的样品放入(550±20）℃的马弗炉中灼烧3h，直至样品完全灰化，灰化后的样品呈灰白色。取出坩埚，先在空气中冷却（2～3）min，再放入干燥器中冷却0.5h。用5mL盐酸溶液（5.2.1）溶解，转移至50mL容量瓶中，用少量水洗涤坩埚2～3次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度。同时做试样空白试验。

* + 1. 测定
       1. 样品测定

吸取20mL预处理溶液于50mL容量瓶中（若样品中铁含量较高则相应减少取样体积，再加水至20mL），加入2.0mL盐酸羟胺溶液（5.2.2），混匀，放置5min。用氢氧化钠溶液（5.2.4）调节样品的PH4～5，加入2mL邻菲罗啉溶液（5.2.5），加水稀释至刻度，摇匀，溶液呈橙红色。放置30min后，于510nm波长处，用1cm比色皿以试剂空白溶液为参比测定吸光度值。

* + - 1. 工作曲线绘制

吸取10mg/L铁标准溶液0，1.0，2.0，4.0，6.0，8.0，10.0mL，分别置于一系列50mL容量瓶中，加水至20 mL，其工作条件与待测液测定时完全相同，配制成0,0.2，0.4，0.8，1.2，1.6，2.0µg/mL铁标准系列溶液，以0.0µg/mL铁标准溶液为参比测定吸光度值，绘制标准工作曲线。

* 1. 结果计算

试样中铁的含量按式（1）计算：

( 1 )

式中：

*X* -—试样中铁的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

*C* —-测定用试样中铁的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V* —-试样显色总体积，单位为毫升（mL）；

—-分取倍数[]；

*m* —-试样称样量，单位为克（g）。

计算结果保留至小数点后一位。

* 1. 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

