

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 691.1—2024

松香中金属元素的测定 第1部分：铁

Determination of metal elements in rosin—Part 1: Iron

2024-03-22 发布

2024-03-28 实施

广西标准化协会 发布

前 言

本文件参照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。

本文件为T/GXAS 691《松香中金属元素的测定》的第1部分。T/GXAS 691.1已经发布了以下部分：

——第1部分：铁；

——第2部分：铝。

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并宣贯。

本文件由广西标准化协会归口。

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、陆银英、莫淇斐、黄卫强、陈家豪、覃石凤、吕立盈、陈梓熙、杨月平、覃柳妹、谢宏昭、林枫、黄秋梦、雷笑雨、秦荣秀、梁鹏、凌鑫、梁喜鸾、黄晋北、潘鸿发、陈海燕、莫建光、苏颖、吴嘉超、李春燕、莫锦涛。

引 言

松香是一种可再生天然树脂，是由松树树脂道内分泌的树脂经蒸馏分离而得。它的深加工产品广泛地用在油漆、肥皂、纸张、油墨、胶粘剂、电器、农药、医药、香料、食品和化妆品等制造业中，是国民经济不可缺少的化工原料。松香中铁含量太高会给深加工带来许多问题：如催化剂中毒、颜色加深而使产品质量下降等；而铝、锌、铅过量都是对人体有害的元素，铝过量能引发痴呆、记忆力减退和骨质软化等疾病；锌过量会导致机体的一系列代谢紊乱，尤其会对脑造成损害；铅过量会损伤好多脏器和神经，影响最大的是中枢神经系统和外周神经系统，会出现头晕、头疼、定向力和感知力减退，或者出现学习能力和智力减退等。随着松香及其深加工产品在食品与医药行业的应用研究不断深入，对其中这些敏感的金属元素含量提出了新的要求。我国是松香生产大国，居世界首位，是国际上重要的松香供应国。为满足国内外贸易的需求，为松香下游深加工生产提供优质原材料，保证松香及其深加工产品在国内外市场上的竞争优势地位，促进松香产业的发展，拟制定T/GXAS 691《松香中金属元素的测定》。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等原因，T/GXAS 691《松香中金属元素的测定》拟由四个部分构成。

- 第1部分：铁。目的在于建立分光光度法测定松香中铁的含量。
- 第2部分：铝。目的在于建立分光光度法测定松香中铝的含量。
- 第3部分：锌。目的在于建立原子吸收光谱法测定松香中锌的含量。
- 第4部分：铅。目的在于建立原子吸收光谱法测定松香中铅的含量。

T/GXAS 691《松香中金属元素的测定》从我国松香行业现状出发，制定一套成本低廉、可操作性强的方法标准，即促进我国松香检测技术的进步，又保证行业从业人员在生产、应用、科研、检测过程中有据可依。

松香中金属元素的测定 第1部分：铁

1 范围

本文件描述了松香中铁的测定方法。

本文件适用于松香中铁的测定，测定低限为0.810 mg/kg，线性范围0 mg/L~12.5 mg/L。

2 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经过干法消解后，待测液中的铁在盐酸羟胺溶液中反应，使三价铁还原成二价铁，在pH=5条件下，二价铁与邻菲罗啉生成橙红色络合物，于510 nm波长处测定吸光度值，外标法定量。

5 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。

5.1 试剂

5.1.1 浓盐酸（HCl）： $\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$ 。

5.1.2 盐酸羟胺（ $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ）。

5.1.3 氢氧化钠（NaOH）。

5.1.4 邻菲罗啉（ $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\cdot\text{H}_2\text{O}$ ）。

5.2 溶液配制

5.2.1 盐酸溶液（6 mol/L）：量取 184 mL 浓盐酸（5.1.1）缓慢加入水中，稀释至 1000 mL。

5.2.2 盐酸溶液（1+1）：量取 50 mL 浓盐酸（5.1.1）缓慢加入 50 mL 水中。

5.2.3 盐酸羟胺溶液（100 g/L）：称取 10 g 盐酸羟胺（5.1.2），溶于 90 mL 水中。

5.2.4 氢氧化钠溶液（2 mol/L）：称取 80 g 氢氧化钠（5.1.3）溶于水，用水稀释至 1000 mL。

5.2.5 邻菲罗啉溶液（1 g/L）：称取 0.1 g 邻菲罗啉（5.1.4）溶于 100 mL 水中，稍加热使其溶解，用棕色试剂瓶储存。

5.3 标准品

铁标准溶液（1000 mg/L）：采用经国家认证并授予标准物质证书的铁标准溶液。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 铁标准中间液（100 mg/L）：准确吸取 1000 mg/L 铁标准溶液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。保存在 0℃~5℃ 冰箱中，有效期为 6 个月。

5.4.2 铁标准使用液（10 mg/L）：准确吸取 100 mg/L 铁标准中间液（5.4.1）10.0 mL 于 100 mL 容量

瓶中，用水定容至刻度，混匀。保存在 0℃～5℃冰箱中，有效期为 1 个月。

6 仪器和设备

- 6.1 可见分光光度计。
- 6.2 瓷坩埚:100 mL。
- 6.3 分析天平：感量 1 mg。
- 6.4 可调节电炉或电热板。
- 6.5 马弗炉。
- 6.6 刻度具塞试管：50 mL。

7 分析步骤

7.1 试样制备

- 7.1.1 在采样和试样制备过程中，不应使用含铁器具，注意避免试样污染。
- 7.1.2 松香样品去除表层，粉碎，过 7 目筛，混合均匀，储存于塑料袋（瓶）中。

7.2 试样消解

- 7.2.1 新坩埚用 6mol/L 盐酸溶液（5.2.1）浸泡处理，洗净后放在马弗炉中，于(550±20)℃下灼烧 3 h，备用。
- 7.2.2 称取试样 10 g～20 g（精确至 0.001 g），置于 100 mL 瓷坩埚中，在通风橱内用可调节电炉或电热板加热，开始低温融化样品，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 3 h，直至样品完全灰化，灰化后的样品呈灰白色。取出坩埚，冷却至室温后用 5 mL 盐酸溶液（5.2.2）溶解，转移至 50 mL 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，摇匀待测。同时做试样空白试验。

7.3 测定

7.3.1 样品测定

吸取 20 mL 待测液于 50 mL 容量瓶中，加入 2 mL 盐酸羟胺溶液（5.2.3），混匀，放置 5 min。用氢氧化钠溶液（5.2.4）调节样品的 pH=5，加入 2 mL 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 30 min 后，于 510 nm 波长处，用 1 cm 比色皿以试剂空白溶液为参比测定吸光度值。

7.3.2 工作曲线绘制

吸取铁标准使用液（10 mg/L）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，分别置于 50 mL 刻度具塞试管中，加水至 20 mL，其工作条件与待测液测定时完全相同，配制成 0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L、1.20 mg/L、1.60 mg/L、2.00 mg/L 铁标准系列溶液，以 0.00 mg/L 铁标准溶液为参比测定吸光度值，绘制标准工作曲线。

8 结果计算

试样中铁的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V \times t_s}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X——试样中铁的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- C——测定样液中铁的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V——测定样液显色总体积，单位为毫升（mL）；
- t_s ——分取倍数 [$t_s = \frac{\text{消解待测液定容体积(mL)}}{\text{测定时吸取待测液体积(mL)}}$]

m ——试样称样量，单位为克（g）。
计算结果保留有效位数三位。

9 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%。



中华人民共和国团体标准
松香中金属元素的测定 第1部分：铁
T/GXAS 691.1—2024
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究