



中华人民共和国国家标准

GB/T 30799—2014

食品用洗涤剂试验方法 重金属的测定

The test method of food detergents-Determination of heavy metals

2014-07-08 发布

2014-11-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品用洗涤消毒产品标准化技术委员会(SAC/TC 395)归口。

本标准起草单位：中国日用化学工业研究院[国家洗涤剂质量监督检验中心(太原)]、西安开米股份有限公司、石家庄威纳邦日化有限公司、表面活性剂和洗涤剂行业生产力促进中心。

本标准主要起草人：姚晨之、杨明明、高欢泉、梁红艳、樊平、贺春良、温晓园、宫志鹏。

食品用洗涤剂试验方法

重金属的测定

1 范围

本标准规定了测定食品用洗涤剂中重金属的试验方法。

本标准适用于食品用洗涤剂中以铅计的重金属的测定,也适用于非食品用洗涤剂中以铅计的重金属的测定。

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 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

在弱酸性(pH=3~4)条件下,试样中的重金属离子与硫化氢作用生成棕黑色物质,与同法处理的铅标准溶液比较,做限量试验。

4 试剂

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 规定的三级水。

- 4.1 盐酸。
- 4.2 盐酸, $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$,量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL。
- 4.3 盐酸, $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$,量取 8.3 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL。
- 4.4 硝酸。
- 4.5 硝酸,1%溶液,取 1 mL 硝酸加水稀释至 100 mL。
- 4.6 硫酸。
- 4.7 过氧化氢,质量分数 $w(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ 。
- 4.8 酚酞指示剂,1 g/L 乙醇溶液,称取 0.1 g 酚酞溶于 100 mL 95%乙醇。
- 4.9 氨水,1+2(体积比)水溶液。
- 4.10 冰乙酸,6+100(体积比)水溶液。
- 4.11 甘油。
- 4.12 硫化钠溶液,将 5 g 硫化钠溶于 10 mL 水中,加入 30 mL 甘油,摇匀,装入棕色瓶中密封,避光保存,有效期 1 个月。
- 4.13 硝酸铅,基准试剂。
- 4.14 铅标准溶液,准确称取在 105 °C 干燥 2 h 以上的硝酸铅(4.13)0.159 8 g,溶于 10 mL 1%硝酸溶液中,定量移入 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀。此溶液 1 mL 中铅的含量为 1.0 mg。

注:亦可使用已知浓度的铅单元素标准溶液直接稀释配制。

4.15 铅标准使用液,准确移取 1.0 mL 铅标准溶液(4.14)于 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀。此溶液 1 mL 中铅的量为 10 μg ,该溶液临用前配制。

5 仪器

5.1 电热板。

5.2 锥形瓶,100 mL。

5.3 纳氏比色管,50 mL。

5.4 压力自控微波消解系统,带有高压密闭消解罐、聚四氟乙烯溶样杯等配套设备。

5.5 坩埚,50 mL。

5.6 水浴锅。

5.7 容量瓶,50 mL、100 mL。

5.8 箱式电阻炉。

注:试验中所用玻璃仪器需用 10%~20%硝酸浸泡 24 h 以上,用自来水反复冲洗后,用符合 GB/T 6682 的三级水冲洗干净。

6 试样预处理

6.1 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$ 湿式消解法

称取 1.0 g 试样(称准至 0.001 g),置于 100 mL 锥形瓶中。加数粒玻璃珠,加入硝酸(4.4)8 mL~12 mL,放置片刻后,置于电热板上缓缓加热,反应开始后移去热源,稍冷后沿瓶壁加入硫酸(4.6)2 mL。继续加热至消解液 5 mL 左右时,若消解液中仍有未分解物质或色泽变深,取下放冷,补加硝酸(4.4)2 mL~4 mL,如此反复,直至溶液澄清或微黄,并且硫酸的白色烟雾开始冒出。消解过程中注意避免炭化。放置冷却后加 20 mL 水继续加热至产生白烟。至少重复加水加热至产生白烟两次。冷却后,将消解液转移到 50 mL 容量瓶中,用水洗涤锥形瓶数次,合并洗涤液于容量瓶中,加水定容,摇匀。

取同样量的硝酸、硫酸,按上述方法同时做试剂空白试验。

6.2 干灰化法

称取 1.0 g 试样(称准至 0.001 g),置于 50 mL 坩埚中。在电热板上小火炭化,取下冷却后加盐酸(4.1)和硝酸(4.4)各 2 mL,小心加热,直至白色烟雾挥尽蒸发至干,移入 550 $^{\circ}\text{C}$ 箱式电阻炉中灼烧灰化 4 h。取出,如灰化不完全,在电热板上用硝酸(4.4)继续灰化至完全。向灰分中加入 2 mL 盐酸(4.2)润湿残渣,在水浴上慢慢蒸发至干。用 1 滴盐酸(4.1)润湿残渣,加水 10 mL,于水浴上再次加热 2 min,将溶液转至 50 mL 容量瓶中,如有必要须过滤,用少量水洗涤坩埚和滤器,合并洗涤液于容量瓶中,加水定容,摇匀。

在试样灰化的同时,另取一只坩埚,按上述方法同时做试剂空白试验。

6.3 微波消解法

称取 1.0 g 试样(称准至 0.001 g),置于清洗好的聚四氟乙烯溶样杯内。加入硝酸(4.4)2.5 mL,过氧化氢(4.7)1.0 mL,轻轻晃动,充分摇匀。放置至少 30 min 进行预处理,把聚四氟乙烯溶样杯放进预先准备好的干净的高压密闭溶样罐中,拧上罐盖(不要拧的过紧)。微波消解采用梯度升温升压的方式,具体控制步骤见表 1(可以根据仪器和样品情况适当变动,保证消解完全)。

表 1 微波消解程序数据

步骤	温度/°C	压力/atm	时间/min	功率/W
1	80	8	2.0	600
2	120	12	2.5	600
3	200	18	2.5	700

消解完成后,冷却至室温,取出消解罐,于沸水浴中加热 10 min,再将消解液转移至 50 mL 容量瓶中,用水洗涤消解罐,合并洗涤液于容量瓶中,加水定容,摇匀。

取同样量的硝酸、过氧化氢,按上述方法同时做试剂空白试验。

7 测定

7.1 A 管溶液

准确移取含铅量相当于指定的重金属限量的铅标准使用溶液(不低于 10 μg)于 50 mL 纳氏比色管中(如试样经处理,须同时吸取与试样溶液等量的试剂空白),加水至 25 mL,摇匀,滴加几滴酚酞指示剂,用氨水(4.9)或盐酸(4.3)调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 2 mL 冰乙酸(4.10),用水稀释至 50 mL,摇匀。此时溶液的 pH 值为 3.5~4.0。

7.2 B 管溶液

取一支与 A 管配套的纳氏比色管,加入适量(10 mL~20 mL)试样溶液,加水至 25 mL,滴加几滴酚酞指示剂,用氨水(4.9)或盐酸(4.3)调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 2 mL 冰乙酸(4.10),用水稀释至 50 mL,摇匀。

7.3 C 管溶液

取一支与 A 管、B 管所配套的纳氏比色管,加入与 B 管等量的相同的试样溶液,再加入与 A 管等量的铅标准使用溶液,加水至 25 mL,滴加几滴酚酞指示剂,用氨水(4.9)或盐酸(4.3)调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 2 mL 冰乙酸(4.10),用水稀释至 50 mL,摇匀。

7.4 比色

向各比色管中加 2 滴硫化钠溶液(4.12),充分混合,放置 5 min,以白色为背景,从上方和侧面观察目测。B 管的色度不得深于 A 管的色度,C 管的色度应与 A 管的色度相当或深于 A 管的色度。