

ICS 71.040.50

G 04

中华人民共和国国家质量监督

检验检疫总局备案号：40631-2014

DB53

云南省地方标准

DB53/T 550—2014

磷酸氢钙中铅、砷、镉、铁、锰含量的测定 能量色散 X 射线荧光光谱法

2014 - 01 - 15 发布

2014 - 03 - 15 实施

云南省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由云南出入境检验检疫局提出。

本标准由云南省质量技术监督局归口。

本标准起草单位：云南出入境检验检疫局、勐腊出入境检验检疫局、普洱出入境检验检疫局、临沧出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：梁文君、梅春芬、陆颖、朱红玉、张国昌、陈洁、范云、张禹红、段敏、陈芳。

磷酸氢钙中铅、砷、镉、铁、锰含量的测定

能量色散 X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了磷酸氢钙中铅、砷、镉、铁、锰含量的能量色散X射线荧光光谱测定方法。

本标准适用于磷酸氢钙中铅、砷、镉、铁、锰的测定。检出限：铅0.0002%、砷0.00002%、镉0.0001%、铁0.0024%、锰0.0001%。

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，仅所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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

测定磷酸氢钙试样中待测元素的特征能量色散X射线荧光强度，参照GB/T 17359，将累积计数与预先制备好的磷酸氢钙标准样品（或磷酸氢钙质控样品）特征X射线荧光强度进行对比，得到磷酸氢钙试样中待测元素的含量。

4 仪器和试剂

4.1 能量色散 X 射线荧光光谱仪。

4.2 分析天平，感量为 0.1 mg。

4.3 磷酸氢钙标准样品，具有待测元素铅、砷、镉、铁、锰含量标样值。

注1：没有磷酸氢钙标准样品时，可使用磷酸氢钙质控样品，磷酸氢钙质控样品应具有待测元素铅、砷、镉、铁、锰含量准确测定值。

注2：选择磷酸氢钙标准样品（或磷酸氢钙质控样品）时，铅、砷、镉、铁、锰标样值应覆盖待测磷酸氢钙样品中铅、砷、镉、铁、锰含量范围。

4.4 磷酸氢钙（食品添加剂级，Pb、As、Cd 含量<0.0001%，Fe、Mn 含量<0.0060%）。

4.5 铅、砷、镉、铁、锰标准溶液（国家标准试剂，GSB），浓度均为 1000 $\mu\text{g/mL}$ ，或按照 GB/T 602 自行配制。

4.6 铅、砷、镉、铁、锰工作溶液，铅、砷、镉、铁、锰标准溶液用 GB/T 6682 规定的二级水稀释为铅、砷、镉浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 、铁、锰浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准溶液。

5 分析步骤

5.1 试样准备

磷酸氢钙试样按照GB/T 6678采样，试样应全部通过100 μm 标准筛。

5.2 测定

5.2.1 用标准样品绘制校准曲线

使用三个以上磷酸氢钙标准样品（或磷酸氢钙质控样品），参照附录 A 仪器工作条件，测定磷酸氢钙中铅、砷、镉、铁、锰 X 荧光射线强度，以铅、砷、镉、铁、锰含量为横坐标、X 荧光射线强度为纵坐标，计算机自动绘制校准曲线。

5.2.2 标准溶液加入法绘制校准曲线

称取 3.0 g(准确至 0.0001 g)磷酸氢钙 (4.4) 四份，加入铅、砷、镉、铁、锰工作溶液 0 mL、1.5 mL、3.0 mL 4.5 mL，混匀，105℃干燥至恒重，补充磷酸氢钙 (4.4) 至 3.0 g(准确至 0.0001 g)，磷酸氢钙中加入的铅、砷、镉均为 0 $\mu\text{g/g}$ 、5 $\mu\text{g/g}$ 、10 $\mu\text{g/g}$ 、15 $\mu\text{g/g}$ ，铁、锰均为 0 $\mu\text{g/g}$ 、50 $\mu\text{g/g}$ 、100 $\mu\text{g/g}$ 、150 $\mu\text{g/g}$ 。研磨均匀，用参照附录 A 仪器工作条件，测定磷酸氢钙中铅、砷、镉、铁、锰能量色散 X 射线荧光强度，以铅、砷、镉、铁、锰含量为横坐标、X 荧光射线强度为纵坐标，计算机自动绘制校准曲线。

5.2.3 测定

称取 4 g 磷酸氢钙试样 (5.1) 置于样品专用杯中，用 500 g 洁净砝码放在样品表面自然压实 1min，厚度 ≥ 5 mm，在 5.2.1 或 5.2.2 条件下，测定磷酸氢钙试样中铅、砷、镉、铁、锰能量色散 X 射线荧光强度，自动计算磷酸氢钙试样中铅、砷、镉、铁、锰的质量分数 (x)。

6 结果计算

仪器自动计算磷酸氢钙试样中铅、砷、镉、铁、锰质量分数，单位为%。

平行测定三次，取二次测定相近的平均值作为测定结果，数据处理按照 GB/T 8170。

7 报告

测定结果以质量分数形式报告结果，保留 2 位有效数字，最小值不小于 0.0001%。

8 允许差

五个实验室水平测试，允许差见表1。

表1 允许误差 %

元素	含量范围	允许差
Pb	≤ 0.0010	0.0002
As	< 0.0014	0.0002
	$0.0014 \sim 0.0024$	0.0004
Cd	≤ 0.0010	0.0001
Fe	$0.036 \sim 0.055$	0.007
Mn	$0.18 \sim 0.25$	0.03

附 录 A
(资料性附录)
能量色散 X 射线荧光光谱仪参考工作条件

表A. 1给出了能量色散X射线荧光光谱仪参考工作条件。

表A. 1 能量色散 X 射线荧光光谱仪参考工作条件

测定顺序	测定元素	测定条件	
1	P ^a	滤光片名称	Low Za
		滤光片材料	No Filter
		电压	5 keV
		能量范围	0-10 keV
		测定时间	50 s
		计数速率	Medium
		环境	空气
2	Ca ^a	滤光片名称	Low Zb
		滤光片材料	Cellulose
		电压	8 keV
		能量范围	0-10 keV
		测定时间	50 s
		计数速率	Medium
		环境	空气
3	Fe ^a 、Mn ^a	滤光片名称	Mid Za
		滤光片材料	Pd Thin
		电压	16 keV
		能量范围	0-20 keV
		测定时间	100 s
		计数速率	Medium
		环境	空气
4	Pb ^a 、As ^a	滤光片名称	Mid Zc
		滤光片材料	Pd Thick
		电压	28 keV
		能量范围	0-40 keV
		测定时间	100 s
		计数速率	Medium
		环境	空气

表 A. 1 (续)

测定顺序	测定元素	测定条件	
5	Cd ^a	滤光片名称	High Za
		滤光片材料	Cu Thin
		电压	40 keV
		能量范围	0-40 keV
		测定时间	100 s
		计数速率	Medium
		环境	空气
^a 基本参数法测定磷、钙含量，强度校正法测定铅、砷、镉、铁、锰。磷酸氢钙主成分为五氧化二磷和氧化钙，测定时需要测定磷、钙等主量元素。			

