



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 18932.12—2002

---

## 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、 锰、铬、铅、镉含量的测定方法 原子吸收光谱法

Method for the determination of potassium, sodium, calcium,  
magnesium, zinc, iron, copper, manganese, chromium, lead, cadmium  
contents in honey—Atomic absorption spectrometry

2002-12-30 发布

2003-06-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

GB/T 18932—2002 分为 12 个部分,本部分为第 12 部分。

GB/T 18932 的本部分遵循 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》的编写规则。

本部分由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出。

本部分由中华全国供销合作总社归口。

本部分起草单位:中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:庞国芳、李学民、张进杰、林忠。

本部分系首次发布的国家标准。

# 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、 锰、铬、铅、镉含量的测定方法 原子吸收光谱法

## 1 范围

GB/T 18932 的本部分规定了蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅、镉含量原子吸收光谱测定方法。

本部分适用于蜂蜜中 11 种元素的测定。

本部分 11 种元素的方法检出限见表 1。

表 1 11 种元素的方法检出限

单位为毫克每千克

元素名称	钾	钠	钙	镁	锌	铁
检出限	0.40	0.25	0.50	0.10	0.40	1.0
元素名称	铜	锰	铬	铅	镉	
检出限	0.30	0.50	1.3	0.020	0.0020	

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 18932 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6379—1986 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性 (neq ISO 5725:1981)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法 (neq ISO 3696:1987)

## 3 原理

试样使用硝酸-过氧化氢在聚四氟乙烯消化罐内消解,以水定容至确定的体积导入原子吸收分光光度计中。原子化后,在相应元素的波长处测定吸光度,其吸光度与元素的含量成正比,与标准系列比较定量。

## 4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682—1992 规定的二级水。

- 4.1 硝酸(密度为 1.42 g/mL)。
- 4.2 盐酸(密度为 1.19 g/mL)。
- 4.3 过氧化氢:含量不少于 30%。
- 4.4 氧化镉(99.99%)。

## GB/T 18932.12—2002

4.5 氯化铯(99.99%)。

4.6 硝酸溶液(1+99)。

4.7 氯化铯溶液:50 g/L。将 5.0 g 氯化铯(4.5)溶于水,用水稀释至 100 mL。

4.8 镧溶液:50 g/L。将 58.65 g 氧化镧(4.4)溶于 250 mL 浓盐酸(4.2)中,用水稀释至 1 L。

4.9 磷酸二氢铵溶液:10 g/L。将 1.0 g 磷酸二氢铵溶于水,定容至 100 mL。

#### 4.10 标准溶液的配制

4.10.1 单元素标准储备溶液:可按 GB/T 602—1988 方法配制,也可向国家认可的销售标准物质单位购买,其质量浓度为 1 000 mg/L(或 500 mg/L)。

4.10.2 单元素标准工作溶液:根据需要将 11 种元素的标准储备溶液(4.10.1)以硝酸溶液(4.6)逐级稀释为表 2 浓度的各元素标准工作溶液。其中钾和钠标准工作溶液中氯化铯浓度为 0.2%。钙和镁标准工作溶液中镧浓度为 0.5%。

表 2 11 种元素的标准工作溶液浓度

单位为微克每毫升

元素名称	标准溶液浓度					
	1	2	3	4	5	6
钾	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
钠	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
钙	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
镁	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
锌	0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
铁	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
铜	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
锰	0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
铬	0	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0
铅	0	0.010	0.020	0.030	0.040	0.050
镉	0	0.001 0	0.002 0	0.003 0	0.004 0	0.005 0

## 5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计配有空气-乙炔火焰原子化器、石墨炉原子化器和各元素空心阴极灯。

5.2 烘箱。

5.3 水浴锅。

5.4 聚四氟乙烯消化罐:内罐容积 30 mL。

## 6 试样制备与保存

### 6.1 试样的制备

对无结晶的实验室样品,将其搅拌均匀。对有结晶的样品,在密闭情况下,置于不超过 60℃ 的水浴中温热,振荡,待样品全部融化后搅匀,迅速冷却至室温。分出 0.5 kg 作为试样。制备好的试样置于样品瓶中,密封,并标明标记。

### 6.2 试样的保存

将试样于常温下保存。

## 7 分析步骤

### 7.1 试样溶液的制备

#### 7.1.1 试样的称量

称取 1 g~2 g 试样,精确至 0.1 mg,于聚四氟乙烯消化罐(5.4)中。

#### 7.1.2 试样的消解

向试样中加入 2 mL 硝酸,试样溶解后,将聚四氟乙烯消化罐在 80℃ 水浴中保持 2 h,待溶液没有棕色气体产生时,取出冷却至室温。加入 2 mL 硝酸和 2 mL 过氧化氢(4.3),摇匀后,将消化罐放入不锈钢外套中并旋紧,放入烘箱内,当烘箱温度升至 100℃ 时,保持 2 h。冷却后,打开不锈钢外套将消化液转至 10 mL~25 mL 容量瓶内,以水稀释至刻度。摇匀,待测。

### 7.2 平行试验

按以上步骤对同一试样进行平行试验测定。

### 7.3 空白试验

除不称取试样外,均按上述步骤进行。

### 7.4 测定

#### 7.4.1 火焰原子吸收光谱法测定钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬的含量

根据试样溶液(7.1.2)中被测元素的含量,需要时将试样溶液用硝酸溶液(4.6)稀释至适当浓度。测定钾和钠时试样最终测定液和空白溶液中应加入一定量的氯化铯溶液(4.7),使氯化铯浓度达到 0.2%。测定钙和镁时,试样最终测定液和空白溶液中应加入一定量的镧溶液(4.8),使镧浓度达到 0.5%。按照表 3 的分析条件,也可根据相应型号仪器调整至最佳工作状态,分别将试样的最终测定液、空白溶液和各元素的标准工作溶液导入火焰原子化器进行检测。以标准工作溶液中各元素含量对应吸光度绘制标准曲线,试样中各元素吸光度与曲线比较求得含量。

表 3 火焰原子吸收光谱法各元素的分析条件

元素名称	波长/ nm	灯电流/ mA	狭缝宽度/ nm	燃气流量/ (L/min)	空气流量/ (L/min)
钾	766.5	5	0.5	1.9	8.0
钠	589.0	6	0.5	1.6	8.0
钙	422.7	6	0.5	2.0	8.0
镁	285.2	4	0.5	1.6	8.0
锌	213.9	4	0.5	2.0	8.0
铁	248.3	8	0.2	2.0	8.0
铜	324.8	3	0.5	1.8	8.0
锰	279.5	5	0.4	1.9	8.0
铬	357.9	5	0.5	2.6	8.0

#### 7.4.2 石墨炉原子吸收光谱法测定铅和镉的含量

根据试样溶液中被测元素的含量,需要时将试样溶液用硝酸溶液(4.6)稀释至适当浓度。按照表 4 的分析条件,也可根据相应型号仪器调整至最佳工作状态,分别将试样的最终测定液、空白溶液和各元素的标准工作溶液导入石墨炉原子化器进行检测。以标准工作溶液中各元素含量对应吸光度绘制标准

## GB/T 18932.12—2002

曲线,试样中各元素吸光度与曲线比较求得含量。

表 4 石墨炉原子吸收光谱法铅和镉的分析条件

元素名称	波长/ nm	灯电流/ mA	狭缝宽度/ nm	进样量	干燥阶段		灰化阶段		原子化阶段		除残阶段	
				$\mu\text{L}$	C	s	$^{\circ}\text{C}$	s	C	s	$^{\circ}\text{C}$	s
铅	283.3	9	0.7	20	120	30	450	20	1800	5	2400	5
镉	228.8	11	0.7	20	120	30	350	20	1750	5	2400	5

基体改进剂的使用:当测定有干扰的试样时,注入 5  $\mu\text{L}$  10 g/L 的磷酸二氢铵溶液做基体改进剂消除干扰,同时在试剂空白和标准工作溶液中加入等量的基体改进剂。

## 8 结果计算

按式(1)计算元素的含量:

$$X = \frac{(A - A_0) \times V \times 1\,000}{M \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- A——试样测定液中元素的含量,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );
- $A_0$ ——试剂空白中元素的含量,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——试样质量,单位为克(g)。

## 9 精密度

GB/T 18932 的本部分精密度数据是按照 GB/T 6379—1986 的规定,通过 12 个实验室对四个水平的试样所做的试验中确定的。获得重复性和再现性的值是以 95% 的可信度来计算,精密度数据见表 5。

表 5 方法的精密度

单位为毫克每千克

元素名称	含量范围	重复性限 $r$	再现性限 $R$
钾	175~412	$r=0.0392m-1.0151$	$R=0.0826m-1.1371$
钠	4.1~35.5	$\lg r=0.5086\lg m-0.5612$	$\lg R=0.5497\lg m-0.4673$
钙	9.0~60.8	$\lg r=0.6364\lg m-0.5989$	$R=0.1554m-0.0725$
镁	3.1~36.5	$\lg r=0.5137\lg m-0.4871$	$\lg R=0.7958\lg m-0.5680$
锌	1.3~48.1	$\lg r=0.5409\lg m-0.8973$	$\lg R=0.8366\lg m-0.7340$
铁	5.1~59.1	$r=0.0834m+0.2199$	$\lg R=0.9736\lg m-0.7896$
铜	0.88~8.3	$r=0.0259m+0.0523$	$\lg R=0.9619\lg m-1.0008$
锰	2.6~9.3	$r=0.0083m+0.1837$	$R=0.0825m+0.0987$
铬	2.2~10.1	$\lg r=0.2682\lg m-0.9055$	$\lg R=0.9388\lg m-0.9753$
铅	0.15~2.0	$\lg r=0.9969\lg m-1.1250$	$\lg R=1.0056\lg m-0.7898$
镉	0.036~0.52	$r=0.0477m+0.0061$	$R=0.1689m+0.0023$

### 9.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),本部分的重复性限按表5方程式计算:

式中:

$m$ ——两次测定值的平均值,单位为毫克每千克(mg/kg)。

如果两次测定值的差值超过重复性限,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

### 9.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),本部分再现性限按表5方程式计算:

式中:

$m$ ——两次测定值的平均值,单位为毫克每千克(mg/kg)。

---