SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1504.5—2005

食品容器、包装用塑料原料　第5部分：聚烯烃中杂质元素含量的测定　X射线荧光光谱法

Plastics used for food container and package—Part 5: Determination of elemental content in polyolefins—X ray fluorescence spectrometry

2005-02-17 发布　　2005-07-01 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

SN/T 1504《食品容器、包装用塑料原料》分为五个部分：

——第1部分：聚丙烯均聚物中酚类抗氧剂和芥酰胺爽滑剂的测定方法　液相色谱法；

——第2部分：线性低密度聚乙烯中酚类抗氧剂和芥酰胺爽滑剂的测定方法　液相色谱法；

——第3部分：乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯(EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT)的测定　气相色谱法；

——第4部分：高密度聚乙烯中酚类抗氧化剂的测定　液相色谱法；

——第5部分：聚烯烃中杂质元素含量的测定　X射线荧光光谱法。

本部分为SN/T 1504的第5部分。

本部分修改采用ASTM D6247—1998的内容，其中标题修改为“食品容器、包装用塑料原料　聚烯烃中杂质元素含量的测定　X射线荧光光谱法”。

本部分的附录A是规范性附录。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分由中华人民共和国天津出入境检验检疫局负责起草。

本部分主要起草人：刘绍从、刘军、张莱、吕刚、李德泉。

本部分系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

食品容器、包装用塑料原料　第5部分：聚烯烃中杂质元素含量的测定 X射线荧光光谱法

1　范围

SN/T 1504的本部分规定了进出口食品容器、包装用聚烯烃中杂质元素含量的测定方法。

本部分适用于食品容器、包装用聚烯烃中杂质元素的分离和测定。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款通过SN/T 1504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。

ASTM C1118　波长色散X射线荧光系统元件选择

ASTM E1621　X射线发散光谱分析标准导则

3　方法概要

测试样品通过压塑或注塑成型为表面清洁、均匀的样片，样品放入WDXRF仪器内，用初级X射线光束照射，使每个元素产生特定波长(线)的荧光，依据检测器、浓度范围和基体中其他元素来选择各测试元素的特征谱线和仪器测试条件。用适宜的晶体对待测元素产生的X-荧光进行分光，并对待测谱线在分光后的角度上用恰当的检测器测定谱线强度。用标准曲线比较谱线强度，测定待测元素含量。

注：可选用基础参数法进行校正。

4　试剂和材料

4.1　P-10气：90%氩气和10%甲烷的混合气体(超高纯或相当于超高纯)，配可调节流量的气压表。

4.2　氮气：预先纯化或相当级别，用于清洗熔融室。

4.3　各元素标准样品：待测元素的化合物在聚合物标准样品中熔融。各元素化合物应有相应纯度证明，使用前干燥，放入干燥器中保存。

4.4　参考样品：按第5章所述制备。

4.5　监测样品：校准仪器漂移(如：电子束变化或长程X射线衰变)。

注：选择具有耐久性的监测样品，该样品应含有接近分析物上限或下限的元素。在标准校正前，进行监测样测量，然后再进行定期的重新测量(如每天测一次)，那么我们就可以解释初测值的漂移，并进行适当的纠正，以保持标准校正与初始条件相对一致。

5　仪器

5.1　配制标准样品的设备

5.1.1　多种化合物混匀设备：具有温度调节功能，用于将各待测元素的化合物熔融混匀或将熔融混匀的各元素化合物加入到聚烯烃标准样品中。设备可以是扭转电流计式(带有混合探头)小量程混合器或大量程混合器。

注：可选用单螺杆或双螺杆实验室用挤压设备来代替熔融混匀设备，但程序化实验需要更多的材料。干燥均匀技术

也可以用于试样的混匀，且不需要使用化合物熔融设备，但不推荐使用该方法。

5.1.2 分析天平：精确到 0.000 1 g。

5.2 试样制备设备：

5.2.1 热压仪：用于压制样片，具备温度、压力及冷却速率可调功能。

5.2.2 溢出式压模仪：不锈钢模具，样片厚度 3.2 mm，样片应覆盖 Mylar 膜，带平整、厚度至少 2.5 mm 的不锈钢压头。

注 1：也可采用注射成型设备来代替热压成型设备和溢出式压模设备。

注 2：本文建议使用 3.2 mm 厚度，也可根据使用者喜好而改变。

5.3 X 射线光管、谱仪和测定系统：按照 ASTM C1118 和 ASTM E1621 指南要求。

6 试验方法

6.1 样品和测试试样的制备

6.1.1 样片：监测样品和测试试样制备的一致性是很重要的，样品厚度、样品表面及混合均匀度的变化都会影响结果的可信度。试样的制备见附录 A。

a) 监测样品：在进行标准校正时，应采用能使元素分散一致的技术，建议使用熔融搅拌以保证元素在样品中的均匀性。

注：经过不同的独立分析方法确证后，实际生产的树脂可以用作校正标准。

b) 测试试样：如果元素分散得很差，遵照附录第 A.5 章所述来进行混匀，如果元素的分散性可被接受则按 6.1.2 进行。

6.1.2 压片：把校正标准物和测试试样压成 3.2 mm 厚的薄片，每个薄片都应具有平整、光滑、无空隙的表面。

注 1：本部分使用了无聚合物的校正技术。

注 2：有些用户使用注射成型工艺来代替我们建议使用的压缩成型技术。

注 3：3.2 mm 厚度是被广泛采用的，但也有些实验室采用更厚或更薄的样品，将所有样品制成同一厚度的方便性是使用者需考虑的。

注 4：可将样片制成仪器所需的尺寸，也可将其制成更大的尺寸，剪取一部分供实验使用。

称取所需质量的塑料放入中空的溢出式模具内，将模具放入已预热的压片机中（聚乙烯预热温度为 175℃，聚丙烯预热温度为 200℃），试样于一定压力下加热一定时间，制得适宜的样片。

6.1.3 选择适宜的冷却速率得到均匀、光滑的样片。

a) 程序冷却：在高压下保持一定时间后，建议降温速率为 15℃/min±2℃/min。

b) 快速冷却：将高温模具取下，放于水冷系统中（或与此相当的系统）加压，冷却至环境温度。

6.1.4 建议使用异丙醇或甲醇清洗试样表面，然后立即进行测试，可以根据操作者的经验决定是否需要清洗试样表面。

在压片和清洗过程中，小心地手持样品边缘，不要触及样片表面，以避免皮肤上的油或盐污染样片。

6.2 步骤

6.2.1 对于选定的元素，建议每天测量一次监控样品，以便及时纠正仪器漂移。

6.2.2 每个参与实验室应在大于固定计数率的固定的计数时间进行实验。

7 精密度

仪器重复性：同一实验室按本方法使用同一仪器对同一样品 30 次重复测定结果见表 1。

表 1 仪器重复性

元 素	平均浓度/(mg/kg)	标准偏差
P	18.9	0.20
Si	1538	3.4
Zn	58.1	0.22

附 录 A
（规范性附录）
试样的制备和均匀熔融试样

A.1 参考标准的制备：分别准确称取适宜质量的添加物，将其加入到干燥、粒状的聚合物中。用熔融混匀的方法来最大限度的降低添加元素的偏离，建议使用批量混合装置来确保整个混合过程中的质量平衡，较适宜的混合器为带有混合头的扭矩电流计式混合器或大型的熔融混和器。

注 1：我们建议使用批量混合装置，也可将聚烯烃标准物单次或多次挤过实验室用挤出模具来达到均一熔样的目的。

注 2：干性混匀不需要过多的仪器，但可能会导致标准物的均一性较差，因此我们不推荐使用此项技术。将待测元素化合物的标准品溶解于适宜的溶剂，配成一定浓度的溶液，将溶液均匀分散到装于蒸发盘中的预先称好质量的颗粒状、不含添加物的树脂中，将此蒸发盘放在没有明火的热源上（如蒸汽浴），手动搅拌至溶剂挥发干净。

A.2 校准标准物：在使用前应熔融均匀，作为参照材料来进行校准。

A.3 测试样品：建议测试样品在测试前熔融均匀。

A.4 抗氧剂应具有足够的浓度使得树脂在熔融时不致热分解，抗氧剂中应不含有待测元素，以免干扰测试结果。

A.5 混合：应在树脂和仪器的适宜条件下对样品进行混合，建议在高于树脂熔点 30℃～50℃进行混合。应选择适宜的搅拌速率和时间，以得到均一的样品并避免样品的热分解，建议用氮气来清洗仪器。

注 1：用来清洗的氮气速率应能使得形成氮气氛。

注 2：对于化合物中的不溶物，操作者可凭经验对混合条件作适当调整。

A.6 混合后的冷却：出于安全和样品稳定性的考虑应尽快的转移冷却样品。可用液氮或冰浴来冷却样品，充分的冷却和干燥后将样品制成一定量的试样薄片。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
食品容器、包装用塑料原料 第5部分：聚烯烃中杂质元素含量的测定 X射线荧光光谱法
SN/T 1504.5—2005
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045
网址 www.bzcbs.com
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7千字
2005年4月第一版 2005年4月第一次印刷
*
书号：155066·2-16149 定价 6.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

SN/T 1504.5-2005