SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2046—2008

塑料及其制品中铅、汞、铬、镉、钡、砷的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法

Determination of lead, mercury, chromium, cadmium, barium and arsenic in plastics and plastic products—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2008-04-29 发布　　2008-11-01 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

本标准的附录A、附录B为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国广东出入境检验检疫局负责起草，中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国厦门出入境检验检疫局参加起草。

本标准主要起草人：刘崇华、钟志光、慕俊泽、曾嘉欣、黄理纳、张海峰、黄丽、李政军、萧达辉。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

塑料及其制品中铅、汞、铬、镉、钡、砷的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法

警告：使用本标准的人员应具有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关规定的条件。

1　范围

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定塑料及其制品（聚氟塑料除外）中铅（Pb）、汞（Hg）、铬（Cr）、镉（Cd）、钡（Ba）和砷（As）含量的方法。

本标准适用于塑料及其制品（聚氟塑料除外）中铅（Pb）、汞（Hg）、铬（Cr）、镉（Cd）、钡（Ba）和砷（As）的测定。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 602　化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备（GB/T 602—2002，ISO 6353-1：1982，NEQ）

GB/T 6379.2　测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）　第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法（GB/T 6379.2—2004，ISO 5725-2：1994，IDT）

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

3　方法提要

试料加入浓硝酸、过氧化氢、四氟硼酸混合溶剂经微波消解处理，消解后的溶液用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定，根据工作曲线确定各元素的含量。

4　试剂

除非另有说明，在分析中仅使用优级纯试剂，实验用水应符合GB/T 6682规定的二级水的要求。

4.1　硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

4.2　硝酸（5+95）。

4.3　过氧化氢（ρ=1.10 g/mL）。

4.4　四氟硼酸溶液（40%）。

4.5　铅、汞、铬、镉、钡和砷标准储备溶液（1 000 mg/L）：按GB/T 602配制或直接购买有证标准物质。

4.6　硝酸-四氟硼酸混合溶液：量取100 mL硝酸（4.1），缓缓倒入870 mL水中，再量取30 mL四氟硼酸溶液（4.4）一并混匀，得硝酸-四氟硼酸混合溶液。

4.7　铅、铬、镉、钡和砷混合标准储备液（100 μg/mL）：分别吸取10.0 mL铅、铬、镉、钡和砷溶液（4.5）于100 mL容量瓶中，用硝酸（4.2）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含有铅、铬、镉、钡和砷各100 μg。

4.8　汞标准储备液（100 μg/mL）：吸取10.0 mL汞溶液（4.5）于100 mL容量瓶中，用硝酸（4.2）稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含有汞100 μg。

4.9　铅、铬、镉、钡和砷系列标准工作溶液：分别吸取0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL铅、铬、

镉、钡和砷混合标准储备液(4.7)于一组 100 mL 塑料容量瓶中,后用硝酸-四氟硼酸混合溶液(4.6)稀释至刻度,混匀。此混合标准溶液含相同浓度的铅、铬、镉、钡和砷,系列浓度分别为:0 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL。

4.10 汞系列标准工作溶液:分别吸取 0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL 汞标准储备液(4.8)于一组 100 mL 塑料容量瓶中,后用硝酸-四氟硼酸混合溶液(4.6)稀释至刻度,混匀。该系列溶液汞的系列浓度分别为:0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL。

5 仪器设备

5.1 高压密闭微波消解仪,配聚四氟乙烯或其他合适的压力罐(最大工作压力不小于 7 MPa)。仪器的工作条件参见附录 A。

5.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。仪器的工作条件参见附录 B。

5.3 低温破碎机。

5.4 分析天平:精度为 0.1 mg。

5.5 塑料容量瓶:50 mL、100 mL,A 级。

5.6 抽滤过滤器,配过滤膜(孔径 0.45 μm)。

6 试样的制备

对大块塑料制品,应用剪刀将样品预先剪至大小为 2.0 cm×2.0 cm 样块,再用低温破碎机(5.3)将样品研磨成粒径不超过 0.5 mm 的粉末样;对厚度小于 0.5 mm 的塑料膜样品,用剪刀将样品剪至尺寸小于 5.0 mm×5.0 mm 小碎片。

7 分析步骤

7.1 试料

称取试样约 200 mg,精确至 1 mg。每个样品进行两次独立的平行测定,同时做空白实验。

7.2 试料消解

将试料置于微波消解罐中,分别加入 5 mL 浓硝酸(4.1)、1.5 mL 四氟硼酸溶液(4.4)、1.5 mL 过氧化氢(4.3)。对于含硅质较多的样品,需补加 1 mL 四氟硼酸(4.4)。将消解罐封闭,按照附录 A 给出的微波消解程序进行消解。

消解罐冷却至室温后,打开消解罐,将消解溶液转移至 50 mL 的塑料容量瓶中,用少量硝酸(4.2)洗涤内罐和内盖 3 次,将洗涤液并入容量瓶,用水稀释至刻度。如果溶液不清亮或有沉淀产生,用 0.45 μm 的过滤膜(5.6)抽滤,残留的固态物质用 15 mL 硝酸(4.2)分 3 次冲洗,所得到的溶液全部合并转移至 50 mL 的塑料容量瓶中,用水稀释至刻度。

7.3 测定

7.3.1 绘制校准曲线

在确定的仪器工作条件下,按浓度由低至高依次测定系列标准工作溶液,绘制校准曲线,各元素校准曲线的线性相关系数 γ 应大于等于 0.999。

7.3.2 测定

在与 7.3.1 相同条件下测量试剂空白溶液和样品溶液。根据工作曲线和消解溶液的谱线强度值,仪器给出消解溶液中待测元素的浓度值。

如果消解溶液中铅、汞、铬、镉、钡和砷的浓度超出校准曲线的线性范围,则应该对消解溶液用硝酸-四氟硼酸混合溶液(4.6)进行适当稀释至校准曲线范围水平后再测定。

8 结果计算

样品中铅、汞、铬、镉、钡和砷的含量以各元素的质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,

按式(1)计算：

$$w = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times F}{m} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

c_1——样品消解溶液中铅、汞、铬、镉、钡和砷的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

c_0——试剂空白溶液中铅、汞、铬、镉、钡和砷的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

F——消解溶液稀释倍数；

V——消解溶液定容体积，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量，单位为克(g)。

9 报告

结果取两次平行测定结果的平均值，并保留 3 位有效数字。当样品中测定元素含量不大于 100 mg/kg 时，两次平行测定结果差值的绝对值应不超过平均值的 20%。当样品中测定元素含量大于 100 mg/kg 时，两次平行测定结果差值的绝对值应不超过平均值的 10%，否则，应重新分析。

10 精密度

由 8 家实验室对 1 个水平的试样进行测定，按 GB/T 6379.2 计算精密度，结果见表 1。

表 1 方法的精密度

元素	含量水平/(mg/kg)	r	R
Pb	114	5.06	19.8
Hg	25.0	4.07	8.3
Cr	118	5.93	16.2
Cd	147	5.63	17.7
Ba	2.88×10^3	73.3	304
As	30.2	5.63	9.61

11 各元素的分析波长和检出限

各元素的分析波长和检出限如表 2 所示。

表 2 元素分析波长和检出限

元素	分析波长/nm	检出限/(mg/kg)
Pb	220.353	10
Hg	194.227	10
Cr	267.716	5
Cd	214.438	5
Ba	233.527	5
As	193.696	10

附 录 A
（资料性附录）
高压密闭微波消解仪工作条件

微波消解仪具有功率程序控制和温度程序控制两种方式，表 A.1 给出微波消解样品的功率控制程序工作条件，表 A.2 给出微波消解样品的温度控制程序工作条件。

表 A.1 微波消解样品的功率控制程序（适用于五个导管的输出功率）

步骤	时间/min	输出功率/W	压力极限/MPa
1	5	400	3.5
2	5	600	3.5
3	12	800	3.5
4	2	800	3.5
5	3	500	4.0
6	30	0	—

表 A.2 微波消解样品的温度控制程序

步骤	时间/min	温度/℃
升温 1	5	125
升温 2	10	210
恒温 3	45	210
降温 4	—	—

附 录 B
（资料性附录）
电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件为：

功率：1 300 W，冷却气流量：14 L/min，雾化器流量：0.8 L/min，辅助气流量：0.6 L/min，试液提升量：1.0 mL/min，分析波长参见表 B.1。

表 B.1 元素参考分析波长

元素	可选用分析波长/nm
Pb	220.353，261.418，283.306
Hg	194.227，253.652
Cr	267.716，206.149，357.869
Cd	214.438，228.802，226.502
Ba	233.527，455.374，493.395，230.425
As	193.696，197.198，188.979