



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4772—2017

人造板中氟和氯含量的测定 离子色谱法

Determination of fluoride and chloride in wood-based panel—
Ion chromatography

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国山西出入境检验检疫局、中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘卓钦、潘丙珍、张瑞、张志辉、郭仁宏、王慧、苑利、栗建永、于文佳。

人造板中氟和氯含量的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了人造板中氟和氯含量的离子色谱测定法。

本标准适用于人造板中氟和氯含量的测定。

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 方法原理

超声提取试样中的氟和氯,提取液以离子色谱测定。保留时间定性,外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 水:GB/T 6682,一级水。

4.2 氟标准溶液:浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.3 氯标准溶液:浓度为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.4 标准工作溶液:准确移取氟标准溶液(4.2)1.0 mL 和氯标准溶液(4.3)10.0 mL,置于 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀备用。此溶液中氟离子浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$,氯离子浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.5 注射器:2 mL。

4.6 水相滤膜:孔径 0.22 μm 。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪,配备电导检测器,梯度泵,自动淋洗液发生器。

5.2 分析天平,感量 0.001 g。

5.3 超声波清洗器。

5.4 管式离心机:转速 4 500 r/min,适配 50 mL 离心管。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

将样品粉碎,过 20 目筛,反复混匀后取不少于 100 g。

6.2 提取

称取试样 0.5 g(精确至 0.001 g)于 100 mL 容量瓶中,用少量水完全润湿后加水至近 50 mL,超声波清洗器中辅助提取 30 min 后取出,用水定容至刻度。取 30 mL 溶液于 50 mL 离心管,离心 10 min。取上清液 10 mL 稀释 5 倍备用。

同时称取 2 份试样,进行平行测定。

6.3 测定

6.3.1 离子色谱参考条件

由于测试结果与所使用的仪器和条件有关,因此不可能给出离子色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离。下列给出的参数已被证明是可行的:

- a) 色谱柱: IonPAC® AS15 型阴离子分离柱(4 mm×250 mm)和 IonPAC® AG15 型保护柱(4 mm×50 mm),或其相当者;
- b) 柱温箱温度:35 ℃;
- c) 淋洗液:由自动淋洗液发生器产生氢氧化钾,淋洗程序参见附录 A;
- d) 淋洗液流速:0.8 mL/min;
- e) 电导检测:电化学自再生抑制,抑制电流 150 mA;
- f) 进样量:25 μL。

6.3.2 工作曲线

准确移取 0.0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 和 10.0 mL 标准工作溶液(4.4)分别置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。氟、氯混合标准溶液中氟的浓度分别为 0.0 μg/mL、0.01 μg/mL、0.02 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL 和 1.0 μg/mL,氯的浓度分别为 0.0 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL 和 10.0 μg/mL。

按 6.3.1 测定条件,对上述标准溶液进行测定。以氟、氯的浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,线性相关系数 $r^2 \geq 0.999$ 。

6.3.3 样品测定

用注射器(4.5)抽取不少于 1 mL 试样溶液,经滤膜(4.6)过滤后移入进样瓶,用离子色谱仪(5.1)进行测定,根据色谱图保留时间定性,色谱峰面积定量。氟和氯的离子色谱图参见附录 B。

6.4 空白试验

除不加试样外,按上述步骤进行空白试验。

7 结果计算

7.1 提取液中氟或氯的浓度

按式(1)计算提取液中氟或氯的浓度:

$$c_i = \frac{A_i - b_i}{k_i} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_i ——提取液中氟或氯的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

A_i ——提取液中氟或氯的峰面积；
 b_i ——氟或氯的标准工作曲线的截距；
 k_i ——氟或氯的标准工作曲线的斜率。

7.2 试样中氟或氯的含量

按式(2)计算试样中氟或氯的含量：

$$w_i = \frac{(c_{xi} - c_{0i}) \times V \times f}{m}$$

.....(2)

式中：

w_i ——试样中氟或氯含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
 c_{xi} ——试样提取液中氟或氯浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；
 c_{0i} ——空白提取液中氟或氯浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；
 V ——定容体积，单位为毫升(mL)；
 f ——稀释倍数比；
 m ——试样质量，单位为克(g)。

结果保留至小数点后 1 位。

8 检出限

氟的检出低限为 2.0 mg/kg，氯的检出低限为 20.0 mg/kg。

9 重复性

两次平行测定结果的绝对值不得超过其算术平均值的 20%。

附 录 A
(资料性附录)
淋洗液梯度淋洗程序

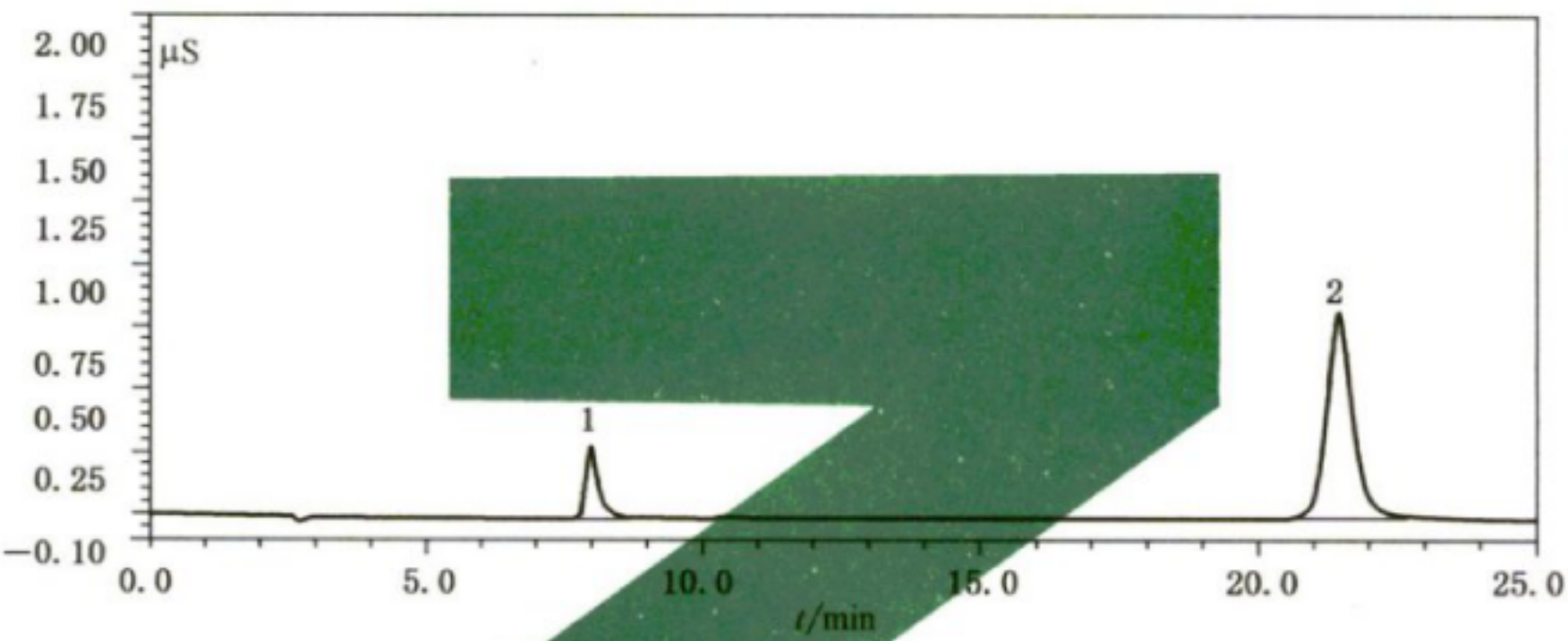
淋洗液梯度淋洗程序见表 A.1。

表 A.1 淋洗液梯度淋洗程序

时间 min	淋洗液浓度 mmol/L
0	10
23	10
28	50
38	50
43	10

附录 B
(资料性附录)
氟和氯的离子色谱图

氟和氯的离子色谱图见 B.1。



说明：
1——氟；
2——氯。

图 B.1 氟和氯的离子色谱图