



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2046—2015

代替 SN/T 2046—2008

塑料及其制品中铅、汞、铬、镉、钡、砷、 硒、锑的测定 电感耦合等离子体原子 发射光谱法

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

2015-09-02 发布

2016-04-01 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。

本标准代替 SN/T 2046—2008《塑标料及其制品中铅、汞、铬、镉、钡、砷的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，与 SN/T 2046—2008 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了本标准的中英文名称；
- 增加了硒和锑元素的测定方法。

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、曾嘉欣、田勇、黄理纳、杨丹华、张海峰、黄丽、沈晓銮、钟志光、李政军、萧达辉。

原标准于 2008 年首次发布，本次为第一次修订。

塑料及其制品中铅、汞、铬、镉、钡、砷、 硒、锑的测定 电感耦合等离子体原子 发射光谱法

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)、砷(As)、硒(Se)和锑(Sb)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)、砷(As)、硒(Se)和锑(Sb)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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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($\rho=1.42$ g/mL)。

4.2 硝酸(5+95)。

4.3 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

4.4 四氟硼酸溶液(40%)。

4.5 铅、汞、铬、镉、钡、砷、硒和锑标准储备溶液(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、砷、硒和锑混合标准储备液(100 μ g/mL):分别吸取 10.0 mL 铅、铬、镉、钡、砷、硒和锑溶液(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、砷、硒和锑各 100 μ g。

4.8 汞标准储备液(100 $\mu\text{g/mL}$):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、砷、硒和锑系列标准工作溶液:分别吸取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 铅、铬、镉、钡、砷、硒和锑混合标准储备液(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、砷、硒和锑,系列浓度分别为:0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

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 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

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,配可耐酸水系过滤膜(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 \times 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 \times 5.0 mm 小碎片。

7 分析步骤

7.1 试料

称取试料约 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 四氟硼酸溶液(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 ≥ 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、砷、硒和锑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、砷、硒和锑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：

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

式中：

- c_1 ——样品消解溶液中铅、汞、铬、镉、钡、砷、硒和锑的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- c_0 ——试剂空白溶液中铅、汞、铬、镉、钡、砷、硒和锑的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- V ——消解溶液定容体积，单位为毫升(mL)；
- F ——消解溶液稀释倍数；
- 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。

10 精密度

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

表 1 方法的精密度 单位为毫克每千克

元素	含量水平	r	R
Pb	114	5.06	19.8
Hg	25.0	4.07	8.30
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
Se	168	9.41	37.8
Sb	106	5.62	23.0

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(推荐波长) mg/kg
Pb	220.353(推荐),261.418,283.306 ^a	10
Hg	194.227(推荐),253.652	10
Cr	267.716(推荐),206.149,357.869	5
Cd	214.438(推荐),228.802,226.502	5
Ba	233.527(推荐),455.374,493.395,230.425	5
As	193.696(推荐),197.198,188.979	10
Se	196.028(推荐),203.985	10
Sb	206.833(推荐),217.582,231.146	10
^a 样品 Sb 含量较高时推荐使用该波长。		

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。
