



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3713—2013

涂料中含铬颜料的筛选方法 电感耦合等离子原子发射光谱法

Screening of chromium pigment in paints—Inductively coupled plasma
atomic emission spectrometry

2013-11-06 发布

2014-06-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局起草。

本标准主要起草人：徐晓春、郭永华、周莹、赵珊红、阮毅、王琛。

涂料中含铬颜料的筛选方法

电感耦合等离子原子发射光谱法

警告:使用本标准的人员应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的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子原子发射光谱法筛选涂料中含铬颜料的方法。
本标准适用于筛选涂料中的铬黄、铬酸铅、钼铬红三种颜料。
本标准不适用于铬绿涂料。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

3 方法概要

涂料进行涂膜干燥后,采用微波消解法除去所有的有机物质,定容后用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定,根据工作曲线计算铬的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯,蒸馏水或去离子水应符合 GB/T 6682 二级水的要求。

4.1 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

4.2 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。

4.3 铬标准溶液:浓度为 $1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的铬元素标准溶液配制按 GB/T 602 方法进行,或直接使用有标准物质证书的有效期内的铬元素标液。

5 仪器

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪,线色散率倒数、稳定性(短程、长程)、背景等效浓度和检出限、校准曲线应符合 GB/T 23942 的规定。仪器条件参见资料性附录 A。

5.2 微波消解仪。微波消解样品的温度控制程序参见资料性附录 B。

5.3 天平:感量 0.1 mg 。

5.4 滤膜。

6 测定步骤

6.1 涂膜的制作

将待测样品搅拌均匀,用天平准确称取约 0.2 g(精确至 0.1 mg)样品,在玻璃板或聚四氟乙烯板上制备厚度适宜的涂膜。在产品说明书规定的干燥条件下,待涂膜完全干燥[自干油漆若烘干,温度不得超过(60±2)℃]后,取下涂膜,在常温下将其粉碎,使涂膜的尺寸小于 5 mm(可用剪刀将涂膜剪碎)。

6.2 样品消解

移取粉碎后样品置于微波消解仪(5.2)的压力罐,分别加入 5.0 mL 硝酸(4.1)和 1.0 mL 过氧化氢(4.2),封闭消解罐。设置微波消解系统的最佳分析条件,至消解完全。消解罐冷却至室温后,打开消解罐,将消解液用滤膜(5.4)过滤并转移至 50 mL 的容量瓶中,并用水洗消解罐、内盖和滤膜,将洗涤液收集于同一容量瓶中,用蒸馏水定容到 50 mL,定容液用于电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定总铬含量。

所得到的消解溶液应在 24 h 内完成测试,否则应用硝酸(4.1)加以稳定,使保存的溶液浓度 $c(\text{HNO}_3)$ 约为 1 mol/L。

6.3 空白试验

除不加入待测样品外,其他均按 6.2 步骤规定的样品消解方式进行空白试验。

6.4 标准工作溶液

标准工作溶液系列由铬标准溶液(4.3)逐级稀释而成,介质为硝酸溶液[硝酸(4.1)稀释 10 倍而成],标准溶液系列浓度为:0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL 和 4 μg/mL。

6.5 校准曲线

测定水溶液空白的强度后,按浓度由低到高的次序依次测定系列标准工作溶液中铬的光谱强度,根据净光谱强度和铬浓度绘制校准曲线,线性相关系数应 ≥ 0.999 。

6.6 样品测定

分别测定样品空白溶液(6.3)和试样溶液中铬的光谱强度,从校准曲线上计算出铬的含量。若测得结果超过校准曲线范围,则以硝酸溶液按一定比例进行稀释后再进行测定,稀释倍数为 f 。

7 结果计算和表示

7.1 结果计算

按式(1)计算试样中铬的含量:

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_{0i}) \times V \times 1\,000 \times f}{1\,000 \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_i ——试样中铬的浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ_i ——试样消解溶液中铬的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

- ρ_{0i} ——空白溶液中铬的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- f ——试样溶液的稀释倍数;
- m ——试料的称样质量,单位为克(g);
- V ——试料消解溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 ——由 μg 转换为 mg 或由 g 转换为 kg 的量纲倍数。
- 计算结果表示到两位有效数字。

7.2 结果表示

以二次平行试验结果的平均值作为结果,按 GB/T 8170 修约至二位有效数字。

如果铬的测试结果低于方法检测低限,则样品中高关注物质铬黄、铬酸铅、钼铬红合格,无需进一步采用其他方法验证确认。

如果铬的测试结果高于方法检测低限,则样品中高关注物质铬黄、铬酸铅、钼铬红需要进一步采取其他方法进行验证确认,再给出符合性评价。

8 测定低限

本方法的测定低限(LOQ)为 5 mg/kg。

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次测试结果的绝对值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%。

SN/T 3713—2013

附 录 A
(资料性附录)
电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件

表 A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪的参考工作条件¹⁾

项 目	参 数	项 目	参 数
RF 功率	1 250 W	一次读数时间	3.0 s
等离子气流量	15 L/min	稳定时间	40 s
辅助气流量	1.5 L/min	读数次数	3
雾化气流量	0.5 L/min	样品提升泵速	18 rpm
Cr 分析谱线	267.716		

1) 非商业性声明:表 A.1 所列参数是在 Varian 725-ES ICP-AES 上完成,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。

附 录 B
(资料性附录)
涂料微波消解程序

表 B.1 涂料微波消解程序²⁾

最大功率 W	设定温度 ℃	升温速率 ℃/min	温度保持时间 min
1 600	200	10	45

2) 非商业性声明:表 B.1 所列参数是在 CEM MARS5 上完成,此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器。