



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4158—2015

## 烟花爆竹中油墨(漆)重金属 含量的测试方法

Determination of heavy metal element content in printing ink or painting of  
fireworks and firecrackers

2015-02-09 发布

2015-09-01 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：中华人民共和国江西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邹燕华、谢绍荣、赵玉超、李毛英、曾祥盛、魏远隆、祝建新、占春瑞。

# 烟花爆竹中油墨(漆)重金属含量的测试方法

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

本标准规定了烟花爆竹用油墨(漆)中铅、镉、汞、砷、铬的测定方法。  
本标准适用于烟花爆竹用油墨(漆)中铅、镉、汞、砷、铬的测定。

## 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 方法提要

对烟花爆竹中油墨(漆)中铅、镉、汞、砷、铬的测试,直接采用高温压力密封消解罐、微波消解的方法进行样品处理,用电感耦合等离子发射光谱仪测定经处理后的样品溶液中铅、镉、汞、砷、铬的含量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明,所用的试剂均为优级纯,实验室用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

- 4.1 硝酸( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ )。
- 4.2 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。
- 4.3 过氧化氢( $\rho=1.10\text{ g/mL}$ )。
- 4.4 高纯氩气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 4.5 硝酸(1+1)。
- 4.6 硝酸(5+95)。
- 4.7 铅、镉、汞、砷、铬标准溶液:按 GB/T 602 配制或直接使用有证书的元素标准溶液。
- 4.8 玻璃板:需经硝酸(4.5)浸泡 24 h 后,清洗并干燥。

## 5 仪器和设备

- 5.1 分析天平:感量为 0.000 1 g。
- 5.2 微波消解系统。
- 5.3 电感耦合等离子发射光谱仪,仪器的参考工作条件参见附录 A。

## 5.4 烘箱。

## 6 分析步骤

## 6.1 样品制备

将样品搅拌均匀后,在玻璃板上制备涂膜,待完全干燥后取样(若烘干,则温度不得超过 80℃),在室温下将其粉碎,过 100 目筛后待处理。

注:如涂膜不易粉碎,可不过筛直接进行样品处理。

## 6.2 样品微波消解

称取 0.5 g(精确至 0.000 1 g)试样于消化罐中,加入 5.0 mL~8.0 mL 硝酸(4.1),2.0 mL~3.0 mL 过氧化氢(4.3),摇匀,盖好安全阀,将消化罐放入微波消解系统中,按照微波消解系统操作步骤进行操作(参考工作条件参见附录 B)。消解完成后,冷却至室温,取出消化罐,转移消化液至 50 mL 容量瓶中,用水冲洗数次消化罐,合并洗液,用水定容至 50 mL,摇匀备用。如消解液不澄清或有沉淀产生,应过滤溶液,残留的固态用硝酸(4.6)冲洗数次,合并洗液,用水定容至 50 mL,摇匀备用。每个样品做两次平行测定。

## 6.3 测定

6.3.1 按本方法的实验条件优化光谱仪的操作参数,参见附录 A。由于不同的仪器条件不尽相同,基本原则是尽可能地选择灵敏度高而干扰少的分析线测定,根据实际情况选择并确定背景扣除点,等仪器稳定后进行测定。

6.3.2 在样品量比较大,仪器工作时间较长的情况下,可能会因仪器不稳定而产生谱线漂移、噪声、温差等因素影响测定结果的准确性,此时应取与样品成分接近的标准溶液对校准曲线进行重新校正,回归校准曲线应满足线性相关系数  $r \geq 0.999$ ,然后再进行样品测试。

## 6.3.3 工作曲线法测定:

- 用硝酸(4.6)逐级稀释铅、镉、汞、砷、铬标准溶液,配成适合的系列混合标准溶液。
- 用电感耦合等离子发射光谱仪测量标准溶液的谱线强度,以谱线强度对应浓度绘制工作曲线。
- 同时测量消解液的谱线强度。如果铅、镉、汞、砷、铬浓度超出工作曲线最高浓度值,则应对消解液进行适当稀释后再测定。根据工作曲线和消解液的谱线强度,仪器自动给出消解液中待测元素的浓度值。

## 6.4 空白试验

除不加试样外,按上述测定步骤进行。

## 7 结果计算和表述

样品中铅、镉、汞、砷、铬含量以  $X$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

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

式中:

- $X$  ——样品中待测元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $c_1$  ——样品消解液待测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $c_0$  ——空白试验消解液待测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$  ——消解液定容体积,单位为毫升(mL);

$F$  ——消解液稀释倍数;

$m$  ——样品称样质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

## 8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

## 9 检测限

本方法检测限:砷、铅为 10 mg/kg,铬、汞为 5 mg/kg,镉为 1 mg/kg。

SN/T 4158—2015

附 录 A  
(资料性附录)  
光谱仪工作条件

电感耦合等离子发射光谱仪工作条件为:功率 1.35 kW,冷却气流量 12 L/min,雾化气压力 180 kPa,辅助气流量 0.5 L/min,进样泵速度 50 r/min,参考分析波长见表 A.1。(不同型号的电感耦合等离子发射光谱仪工作条件可根据仪器的具体实际使用情况而定)。

表 A.1 元素参考分析波长

元 素	参考分析波长/nm
Pb	220.3
Cd	228.8
Hg	184.9
As	189.0
Cr	284.3



附 录 B  
(资料性附录)  
微波消解系统工作条件

表 B.1 微波消解系统工作条件

步骤	时间/min	温度/℃	保持时间/min	功率/W
升温 1	5	50	30	1 200
升温 2	5	120	5	1 200
升温 3	5	185	20	1 200
降温 4	—	室温	—	—