

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3974—2014

电镀产品中痕量六价铬的测定 柱后衍生离子色谱法

Determination of trace chromium(VI) in electroplating products by
ion chromatography with post-column derivation

2014-07-14 发布

2015-03-01 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。

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：中华人民共和国甘肃出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵生国、周玉文、燕娜、郑红文、王晓香、张新智。

电镀产品中痕量六价铬的测定

柱后衍生离子色谱法

1 范围

本标准规定了电镀产品中痕量六价铬含量的柱后衍生离子色谱测定方法。

本标准适用于电镀产品中痕量六价铬含量的测定。

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 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

试样用碱液溶解,水浴提取,过滤,滴加硝酸,调节 pH 在 7.5~8.0,过滤后,取上清液经离子色谱分离铬(VI)柱后衍生后,用紫外-可见光检测器检测。

4 试剂

本标准除另有规定,所用试剂均为优级纯,实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。试验中所用标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 的规定制备。

4.1 氢氧化钾。

4.2 二苯碳酰二肼。

4.3 丙酮。

4.4 乙酸。

4.5 重铬酸钾(基准试剂)。

4.6 碱性萃取液(称取 20.0 g 氢氧化钠和 30.0 g 无水碳酸钠,用水溶解后定容至 1 000 mL)。

4.7 缓冲液(溶解 87.09 g 磷酸氢二钾和 68.04 g 磷酸二氢钾于水中,用水溶解后定容至 1 000 mL)。

4.8 硝酸(5 mol/L)。

4.9 柱后衍生剂:称取 0.5 g 二苯碳酰二肼(4.2),溶解于 100 mL 丙酮(4.3)中,加一滴乙酸(4.4)酸化。此溶液冷藏于棕色玻璃瓶中,4℃时遮光存放,有效期 14 d。

4.10 六价铬储备溶液:称取 0.282 9 g 烘干至恒重的重铬酸钾(4.5),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。此溶液含六价铬量为 100 μg/mL。于 4℃保存,有效期为 6 个月。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪:带紫外-可见光检测器。

5.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.1 mg。

5.3 柱后衍生装置。

5.4 尼龙滤膜:0.22 μm 。

5.5 移液器:500 μL 。

5.6 注射器:5 mL 或 10 mL。

6 试液制备

6.1 试样提取

将洗净晾干的电镀产品用破碎和切割设备截取总表面积大于 50 cm^2 的样品于锥形瓶中,加入 50.0 mL 碱性萃取液(4.6)和 1 mL 缓冲液(4.7),在 90 $^{\circ}\text{C}$ ~95 $^{\circ}\text{C}$ 水浴(或振荡水浴锅)中连续搅拌 1 h 以上,逐步冷却至室温,过滤,用水洗涤锥形瓶和样品,将滤纸和洗涤液收集到烧杯中,滴加硝酸(4.8)调节 pH 在 7.5~8.0 的范围内,如出现絮状沉淀,需再过滤,留取滤液,定容至 100 mL。

6.2 试样净化

用注射器吸取 5 mL 上清液(6.1),通过 0.22 μm 尼龙滤膜(5.4)后,弃去初滤液 1 mL~2 mL,收集后面的净化液供离子色谱仪测定。

7 空白试验

除不加试样外按 6.1 试样处理步骤进行处理。

8 测定

8.1 色谱条件

色谱条件为:

- a) 色谱柱:选用 IonPac AS19 型阴离子分离柱(4 mm \times 250 mm)和 IonPac AG19(4 mm \times 50 mm)型保护柱,或相当者。
- b) 检测器:带紫外-可见光检测器检测。
- c) 柱温箱温度:30 $^{\circ}\text{C}$ 。
- d) 淋洗液:25 mmol/L KOH 溶液。
- e) 淋洗液流速:1 mL/min。
- f) 进样体积:250 μL 。
- g) 测定波长:540 nm。

8.2 离子色谱分析

8.2.1 定性分析

依据保留时间一致性进行定性识别的方法。根据铬(VI)标准物质的保留时间,确定试液中铬(VI)的色谱峰。铬(VI)标准物质的离子色谱图参见附录 A。必要时应选用另一根性能相当的色谱柱进行确证。

8.2.2 定量分析

8.2.2.1 标准曲线的绘制

移取铬(VI)标准溶液(4.10)逐级稀释后,得到铬(VI)标准工作溶液。标准工作溶液中铬(VI)的浓度分别为 0.0 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L。

按 8.1 所列测定条件,用自动进样器或注射器吸取标准工作溶液从低浓度到高浓度依次进样测量,以铬(VI)的浓度(μg/L)为横坐标,以峰面积(或峰高)为纵坐标,绘制标准曲线。

8.2.2.2 测定

用自动进样器或注射器依次吸取空白溶液和试样溶液注入离子色谱仪中,获得铬(VI)的峰面积(或峰高)。根据线性方程计算空白溶液和试样溶液中铬(VI)的含量,单位以 mg/L 表示。如果提取液吸光度超过标准曲线最高浓度点,则应对提取液进行适当稀释后再测定。

9 结果计算

试样中六价铬含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times N}{m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中铬(VI)含量(以铬计),单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——试液中铬(VI)的浓度,单位为微克每升(μg/L);

c_0 ——空白溶液中铬(VI)的浓度,单位为微克每升(μg/L);

V ——提取液定容体积,单位为毫升(mL);

N ——试液稀释倍数;

m ——试样质量(该项为金属电镀层重量),单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

10 精密度

在重复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%。

SN/T 3974—2014

附录 A
(资料性附录)
铬(VI)标准溶液色谱图

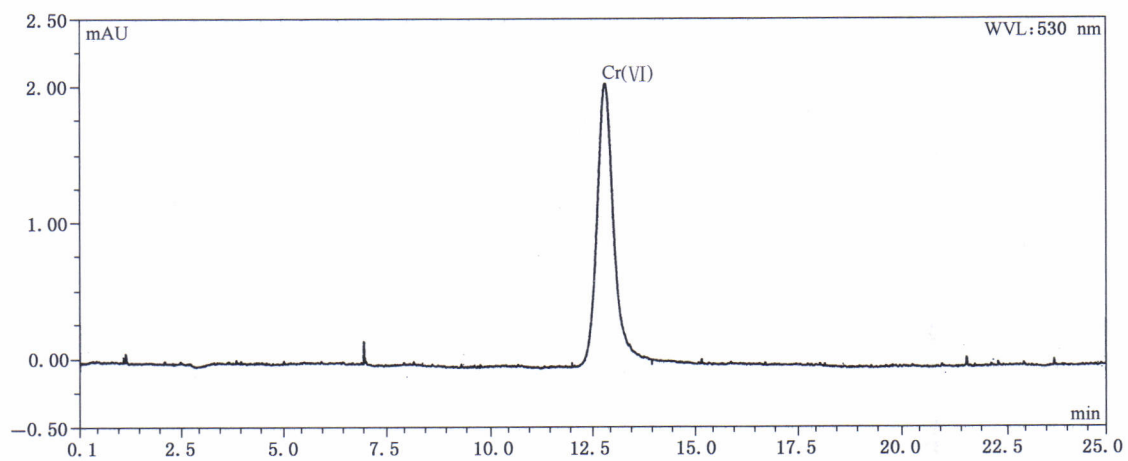


图 A.1 10 $\mu\text{g/L}$ Cr(VI)离子标准溶液色谱图