



中华人民共和国国家标准

GB/T 35761—2017

烟花爆竹用油墨(漆)中重金属含量的 测试方法

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

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国烟花爆竹标准化技术委员会(SAC/TC 149)归口。

本标准起草单位:中华人民共和国湖南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:江放明、肖家勇、陈丽丽、张光辉、杨继敏、江资成、刘婵、杨玉环。

烟花爆竹用油墨(漆)中重金属含量的 测试方法

警示——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、铬的电感耦合等离子发射光谱测试方法。
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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

对烟花爆竹用油墨(漆)中铅、镉、汞、砷、铬的测试方法,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的铅、镉、汞、砷、铬。

4 试剂和材料

除另有规定外,本标准所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

- 4.1 硝酸。
- 4.2 盐酸。
- 4.3 过氧化氢。
- 4.4 高纯氩气:纯度 99.999%。
- 4.5 容量瓶:25 mL、50 mL、100 mL、200 mL、500 mL、1 000 mL。
- 4.6 移液管:0.5 mL、1 mL、10 mL。
- 4.7 铅、镉、汞、砷、铬标准溶液:浓度均为 1 000 mg/L,并需密封冷藏。

5 仪器和设备

- 5.1 分析天平:精度 0.001 g。
- 5.2 微波消解系统,仪器的参考工作条件参见附录 A。
- 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 B。
- 5.4 烘箱:温度范围,室温至 100 ℃;精度 1 ℃。

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 0.15 mm(100 目)实验筛后取筛下物待进行消解处理。

注:如涂膜不易粉碎,可不过筛直接进行样品消解处理。

6.2 样品处理

称取 0.5 g(精确至 0.001 g)试样于消化罐中,加入硝酸 5.0 mL~8.0 mL,过氧化氢 2.0 mL~3.0 mL,将消化罐晃动几次摇匀,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。消解完成后,冷却至室温,取出消化罐,过滤,转移消化液至 25.0 mL 或 50.0 mL 容量瓶中,用去离子水冲洗数次消化罐,合并洗液、定容、摇匀备用。每个样品做两次平行测定,同时做试剂空白实验。

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 B。

6.3.2 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。

6.3.3 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、噪音、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,回归校准曲线的线性相关系数 $r \geq 0.999$,然后再进行样品测试。

6.3.4 工作曲线绘制按照以下步骤进行:

- a) 用 5%硝酸溶液逐级稀释铅、镉、汞、砷、铬标准溶液,配成含铅、镉、汞、砷、铬浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L 的系列混合标准溶液。
- b) 用电感耦合等离子发射光谱仪测量标准溶液的吸光度,以吸光度值对应浓度绘制工作曲线。
- c) 同时测量消解液的吸光度。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吸光度值,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

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

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

式中:

- w ——样品中铅、镉、汞、砷、铬的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_1 ——样品消解液测量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c_0 ——试剂空白消解液测量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——样品消解液定容体积,单位为毫升(mL);

N ——消解液稀释倍数；
 m ——样品称样质量，单位为克(g)。

8 允许差

两次平行测定结果的相对偏差应不超过 10%，结果取两次平行测定结果的平均值，并保留 3 位有效数字。

附 录 A
(资料性附录)
微波消解系统工作条件

微波消解系统工作条件见表 A.1。

表 A.1 微波消解系统工作条件

步 骤	升温时间/min	保温、保压时间/min	温度/℃
升温 1	5	5	120
升温 2	10	7	160
升温 3	10	10	200
降温 4	—	—	室温

附 录 B
(资料性附录)

电感耦合等离子发射光谱仪工作条件

电感耦合等离子发射光谱仪(ICP-AES)工作条件为:功率:1.00 kW~1.40 kW,等离子气流量:14.0 L/min~18.0 L/min,雾化气压力:200 kPa,辅助气流量:1.20 L/min~1.50 L/min,进样速度:1.0 mL/min~1.3 mL/min,分析波长参见表 B.1(不同型号的 ICP-AES 工作条件可根据仪器的具体实际使用情况而定)。

表 B.1 元素参考分析波长

元 素	可选用分析波长/nm
Pb	220.353,261.418,283.306,216.999
Cd	228.802,226.502,361.051,214.438
Hg	194.227,253.652
As	193.696,197.198,234.984
Cr	206.149,267.716,283.563,357.869,359.349

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
烟花爆竹用油墨(漆)中重金属含量的
测试方法

GB/T 35761—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

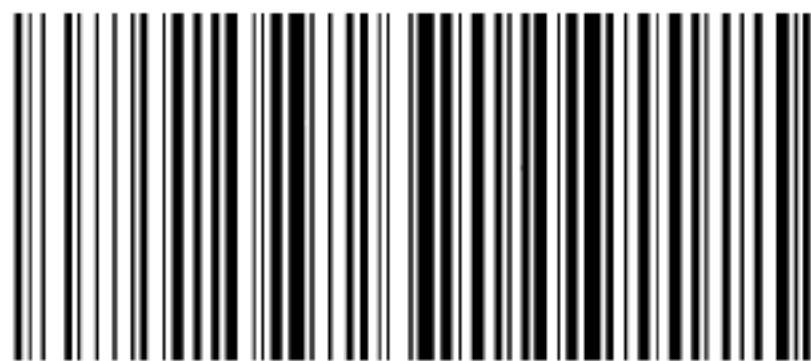
服务热线: 400-168-0010

2018年1月第一版

*

书号: 155066 · 1-59604

版权专有 侵权必究



GB/T 35761—2017