

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1634—2005

瓦楞纸板中镉、铬、铅、汞的测定

Determination of cadmium, chromium, lead and mercury in corrugated boards

2005-08-18 发布

2006-02-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

包装地带

www.superpack.cn

前 言

本标准中附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准主要起草单位：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：徐嵘、陈旭辉、蒋艳、顾浩飞。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

瓦楞纸板中镉、铬、铅、汞的测定

1 范围

本标准规定了瓦楞纸板中镉、铬、铅、汞测定方法。

本标准适用于各种可用硝酸湿式消解的纸、纸板及纸浆中镉、铬、铅、汞含量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 450 纸和纸板试样的采取(GB/T 450—2002,ISO 186:1994,MOD)

GB/T 741 纸浆 分析试样水分的测定法(GB/T 741—2003,ISO 638:1989,MOD)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,ISO 3696:1987,NEQ)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

风干质量 air-dry mass

当试样水分与周围环境平衡时的试样质量。

3.2

风干试料 air-dry test portion

水分与周围环境平衡时的试料。

3.3

绝干质量 oven-dry mass

在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥,除去水分及其他挥发性物质并干燥至恒重的试样质量。

4 原理

将样品放置于一密闭容器中,加入一定量硝酸溶液,在高温高压条件下,进行消解,消解液经适当稀释后,用原子吸收光谱法测定铅、镉、铬的含量,用原子荧光光谱法测定汞的含量。

5 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水,GB/T 6682,二级。

5.2 硝酸(HNO_3),1.40 g/mL,质量分数是65%~68%。

5.3 硝酸(HNO_3),1+1,将100 mL的硝酸(5.2)加入到体积为100 mL的水中。

5.4 硝酸(HNO_3),5+95,取50 mL的硝酸(5.2)加水稀释至1 L。

5.5 硼氢化钾溶液(KBH_4 ,分析纯),0.05%(在0.5%KOH溶液中),称取0.5 g氢氧化钾(分析纯)于100 mL蒸馏水中,溶解后,加入0.05 g的硼氢化钾继续溶解,若有沉淀,需过滤后使用。

5.6 镉标准储备溶液,100 mg/L,称取0.1142 g氧化镉(CdO),加入20 mL的硝酸(5.3)溶解,用硝酸(5.4)稀释至1 L。溶液保存在密闭聚乙烯容器中。

- 5.7 铬标准储备溶液,100 mg/L,称取 0.373 4 g 于 105℃干燥至恒重的铬酸钾(K_2CrO_4),溶于含有一滴氢氧化钠溶液(100 g/L)的少量水中,用硝酸(5.4)稀释至 1 L。溶液保存在密闭聚乙烯容器中。
- 5.8 铅标准储备溶液,100 mg/L,称取 0.159 8 g 硝酸铅 $[Pb(NO_3)_2]$,加硝酸(5.4)溶解后,用硝酸(5.4)稀释至 1 L。溶液保存在密闭聚乙烯容器中。
- 5.9 汞标准储备溶液,100 mg/L,称取 0.161 8 g 硝酸汞 $[Hg(NO_3)_2]$,加硝酸(5.4)溶解后,用硝酸(5.4)稀释至 1 L。溶液保存在密闭聚乙烯容器中。
- 5.10 镉标准溶液,10 mg/L,用移液管移取 5 mL 的镉标准储备溶液(5.6)于 50 mL 的容量瓶中,用硝酸(5.4)稀释至刻度。当天配制。
- 5.11 铬标准溶液,10 mg/L,用移液管移取 10 mL 的铬标准储备溶液(5.7)于 100 mL 的容量瓶中,用硝酸(5.4)稀释至刻度。当天配制。
- 5.12 汞标准溶液,0.2 mg/L,用移液管移取 1 mL 的汞标准储备溶液(5.9)于 10 mL 的容量瓶中,用硝酸(5.4)稀释至刻度,用移液管从 10 mL 的容量瓶中移取 2 mL 的汞标准溶液于 100 mL 的容量瓶中,用硝酸(5.4)稀释至刻度。当天配制。

6 仪器

- 6.1 高温烘箱,控温范围:常温~200℃,控温精度:±2℃。
- 6.2 压力溶弹,配 100 mL 聚四氟乙烯的内罐。
- 6.3 微波消解仪,配 100 mL 聚四氟乙烯内罐的全密闭消解容器,不建议使用自动泄压罐。
- 6.4 原子吸收光谱仪,配铅、镉、铬空心阴极灯。
- 6.5 原子荧光光谱仪,配汞空心阴极灯。

7 取样与试样的制备

7.1 取样

试样的采取按照 GB/T 450 有关规定进行。

7.2 试样的制备

将样品剪成约 5 mm×5 mm 的小块,(建议不要使用金属工具,可使用塑料或陶瓷工具)。彻底混匀,防止污染。试样称量前在天平附近至少平衡 20 min。

7.3 水分含量的测定

按照 GB/T 741 测定试样的水分,用以计算试料的绝干物含量。

8 分析步骤

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。

8.1 前处理

8.1.1 高压消解法

8.1.1.1 空白试验

与试样的测定平行进行,取相同量的所有试剂,采用相同的分析步骤,但不加试料。

8.1.1.2 试验

做两份试料的平行测定。

称取约等于 0.4 g 绝干重量的风干试料,精确到 0.001 g(以绝干计),放入压力溶弹(6.2)的聚四氟乙烯内罐中,加入 6 mL 的硝酸(5.2),将压力溶弹放入烘箱(6.1),升温至 95℃±2℃,保持 1 h,后再继续升温至 185℃±2℃,保持 4 h。关闭电源,在烘箱中自然冷却至室温,取出压力溶弹,并小心地在通风柜中打开,将消解内罐中残留的溶液用水适当稀释,过滤于 50 mL 的容量瓶内,消解内罐及滤纸用水洗

www.superpack.cn

涤数次并转入容量瓶后定容。

8.1.2 微波消解法

8.1.2.1 空白试验

与试样的测定平行进行,取相同量的所有试剂,采用相同的分析步骤,但不加试料。

8.1.2.2 试验

做两份试料的平行测定。

称取约等于 0.4 g 绝干重量的风干试料,精确到 0.001 g(以绝干计),放入微波消解仪(6.3)聚四氟乙烯的内罐中,加入 10 mL 的浓硝酸(5.2),加盖浸泡 0.5 h,放入微波消解仪。根据仪器使用说明书,选择适当的控制方式(参见附录 A),消解反应,冷却,取出消解罐,并在通风柜中打开。将消解内罐中残留的溶液用水适当稀释,过滤于 50 mL 的容量瓶内,消解内罐及滤纸用水洗涤数次并转入容量瓶后定容。

8.2 镉含量的测定

8.2.1 用移液管分别移取 0 mL、1 mL、2 mL、4 mL、8 mL 的镉标准溶液(5.10)于 100 mL 的容量瓶中,以硝酸(5.4)定容,每毫升上述标准溶液分别含镉 0 μg、0.1 μg、0.2 μg、0.4 μg、0.8 μg。

8.2.2 根据仪器操作手册设定参数,并使仪器操作参数最佳化。用空气-乙炔火焰,在 228.8 nm 处测定的空白溶液、标准工作溶液、待测溶液的吸光度。

8.2.3 绘制校准曲线,以计算待测溶液的镉含量。

8.2.4 计算结果:

镉含量以镉的质量分数 X_{Cd} 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X_{Cd} = \frac{(X_1 - X_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_{Cd} ——试料中镉的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X_1 ——试验溶液中镉的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- X_0 ——空白试液中镉的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试验溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的绝干质量,单位为克(g)。

计算结果表示到两位有效数字。当两测试结果的差与其平均值的之比不大于 10% 时,以平均值作为测试结果;当大于 10% 时,增加一次测试,以三次测试结果的平均值作为测试结果。

8.3 铬含量的测定

8.3.1 用移液管分别移取 0 mL、5 mL、10 mL、20 mL、40 mL 的铬标准溶液(5.11)于 100 mL 的容量瓶中,以硝酸(5.4)定容,每毫升上述标准溶液分别含铬 0 μg、0.5 μg、1.0 μg、2.0 μg、4.0 μg。

8.3.2 根据仪器操作手册设定参数,并使仪器操作参数最佳化。用空气-乙炔火焰,在 357.9 nm 处测定空白溶液、标准工作溶液、待测溶液的吸光度。

8.3.3 绘制校准曲线,以计算待测溶液的铬含量。

8.3.4 计算结果:

铬含量以铬的质量分数 X_{Cr} 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$X_{Cr} = \frac{(X_2 - X_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X_{Cr} ——试料中铬的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X_2 ——试验溶液中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- X_0 ——空白试液中铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试验溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的绝干质量,单位为克(g)。

计算结果表示到两位有效数字。当两测试结果的差与其平均值的之比不大于10%时,以平均值作为测试结果;当大于10%时,增加一次测试,以三次测试结果的平均值作为测试结果。

8.4 铅含量的测定

8.4.1 用移液管分别移取0 mL、1 mL、2 mL、4 mL、8 mL的铅标准储备溶液(5.8)于100 mL的容量瓶中,用硝酸(5.4)定容,每毫升上述标准溶液分别含铅0 μg 、1.0 μg 、2.0 μg 、4.0 μg 、8.0 μg 。

8.4.2 根据仪器操作手册设定参数,并使仪器操作参数最佳化。用空气-乙炔火焰,在283.3 nm处测定空白溶液、标准工作溶液、待测溶液的吸光度。

8.4.3 绘制校准曲线,以计算待测溶液的铅含量。

8.4.4 计算结果:

铅含量以铅的质量分数 X_{Pb} 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(3)计算:

$$X_{\text{Pb}} = \frac{(X_3 - X_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X_{Pb} ——试料中铅的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

X_3 ——试验溶液中铅的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

X_0 ——空白试液中铅的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试验溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的绝干质量,单位为克(g)。

计算结果表示到两位有效数字。当两测试结果的差与其平均值的之比不大于10%时,以平均值作为测试结果;当大于10%时,增加一次测试,以三次测试结果的平均值作为测试结果。

8.5 汞含量的测定

8.5.1 用移液管分别移取0 mL、1 mL、2 mL、4 mL、8 mL的汞标准溶液(5.12)于100 mL的容量瓶中,硝酸(5.4)定容,每毫升上述标准溶液分别含汞0 μg 、0.002 μg 、0.004 μg 、0.008 μg 、0.016 μg 。

8.5.2 根据仪器操作手册设定参数,吸取一定量试液,加入一定量的 KBH_4 溶液(5.5)测定空白溶液、标准工作溶液、待测溶液中汞原子的荧光强度。

8.5.3 绘制校准曲线,以计算待测溶液的汞含量。

8.5.4 计算结果:

汞含量以汞的质量分数 X_{Hg} 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(4)计算:

$$X_{\text{Hg}} = \frac{(X_4 - X_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X_{Hg} ——试料中汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

X_4 ——试验溶液中汞的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

X_0 ——空白试液中汞的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试验溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的绝干质量,单位为克(g)。

计算结果表示到两位有效数字。当两测试结果的差与其平均值的之比不大于10%时,以平均值作为测试结果;当大于10%时,增加一次测试,以三次测试结果的平均值作为测试结果。

9 质量保证和控制

微波消解可有不同的控制方式,有多种温度/压力、时间、加酸量等不同的参数组合,可根据实际情

况设定。只要保证消解完全且各种金属均有较高回收率的消解方法均可使用。充分消解后通常可得到澄清的溶液,残余物为白色絮状。

分析仪器可根据实验室的实际情况选择,只要仪器的检出限满足检验的限量要求即可。由于分析仪器灵敏度的不同,操作人员应根据仪器的测试范围选择合适的标准工作溶液范围。

本标准所确定方法的检出限和回收率参见附录 B。

10 试验报告

试验报告应包括下列项目:

- a) 参照本标准编号;
- b) 测试的日期和地点;
- c) 试样制备的描述;
- d) 所用的消解过程(高压消解法或微波消解法);
- e) 测试仪器的描述(如,原子吸收光谱仪或原子荧光光谱仪);
- f) 测试的平均值,用 mg/kg 表示,如果测试次数多于两次,说明测定次数;
- g) 标准步骤变更的说明,或所观察到的任何会影响测试结果的异常现象。

附录 A

(资料性附录)

微波消解的设定参数举例

A.1 Mars 5 微波消解仪,配超高压消解罐,参数见表 A.1。

控制方式:温度主控,压力辅控。

表 A.1

步骤	爬坡时间/min	压力/Pa	温度/°C	保持时间/min
1	5	400	95	5
2	5	400	185	30

A.2 Mars 5 微波消解仪,配自动排压式消解罐,参数见表 A.2。

控制方式:温度主控。

表 A.2

步骤	爬坡时间/min	温度/°C	保持时间/min
1	5	120	5
2	5	150	10
3	5	175	10
4	5	185	10

A.3 MILESTONE ethos tc 微波消解仪,参数见表 A.3。

控制方式:温度主控。

表 A.3

步骤	爬坡时间/min	温度/°C	保持时间/min
1	10	140	5
2	5	200	30

www.superpack.cn

附录 B
(资料性附录)
方法的检出限、回收率

B.1 检出限

检出限要根据所使用的仪器而定。使用高压消解法前处理,下列分析仪器测定,方法的检出限如下:

测量仪器:spectrAA 原子吸收光谱仪(测定镉、铬和铅),AFS-230a 型双道原子荧光光谱仪(测定汞)。

检出限(以样品的质量分数计):镉 0.61 $\mu\text{g/g}$, 铬 14 $\mu\text{g/g}$, 铅 9.1 $\mu\text{g/g}$, 汞 0.022 $\mu\text{g/g}$ 。

B.2 回收率

采用样品加标回收法,使用高压消解法前处理,下列分析仪器测定,回收率数据见下表。

测量仪器:spectrAA 原子吸收光谱仪(测定镉、铬和铅),AFS-230a 型双道原子荧光光谱仪(测定汞)。

表 B.1 镉的回收率范围

序 号	添加水平/ $(\mu\text{g/mL})$		
	0.05	0.1	0.2
回收率范围/(%)	88~96	95~101	94~98

表 B.2 铬的回收率范围

序 号	添加水平/ $(\mu\text{g/mL})$		
	1.0	2.0	4.0
回收率范围/(%)	92~99	94~98	92~95

表 B.3 铅的回收率范围

序 号	添加水平/ $(\mu\text{g/mL})$		
	1.0	2.0	4.0
回收率范围/(%)	95~101	94~104	96~100

表 B.4 汞的回收率范围

序 号	添加水平/ $(\mu\text{g/L})$		
	2	4	8
回收率范围/(%)	96~119	102~118	100~118

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
瓦楞纸板中镉、铬、铅、汞的测定
SN/T 1634—2005

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2005年11月第一版 2005年11月第一次印刷

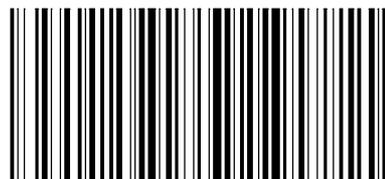
*

书号: 155066·2-16478 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



SN/T 1634-2005