

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24991—2010

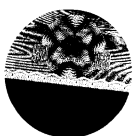
---

## 纸、纸板和纸浆 铅含量的测定 石墨炉原子吸收法

Paper, board and pulps—Determination of lead content—  
Graphite furnace atomic absorption spectrometry method

2010-08-09 发布

2010-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

包装地带

## 前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会(SAC/TC 141)归口。

本标准起草单位:深圳出入境检验检疫局工业品检测技术中心、中国制浆造纸研究院、深圳市检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:徐嵘、陈旭辉、顾浩飞、陈向阳、易峰。

# 纸、纸板和纸浆 铅含量的测定

## 石墨炉原子吸收法

### 1 范围

本标准规定了石墨炉原子吸收法测定纸、纸板和纸浆中铅含量的方法。

本标准适用于各种可用硝酸湿法消解、包括含有再生纤维在内的纸浆、纸及纸板。

本方法的检出限约为 60  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 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 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定（GB/T 450—2008，ISO 186:2002，MOD）

GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定（GB/T 462—2008；ISO 287:1985，MOD；ISO 638:1978，MOD）

GB/T 740 纸浆 试样的采取（GB/T 740—2003，ISO 7213:1981，IDT）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

### 3 原理

在密闭容器中，用硝酸在高温高压条件下消解试样，稀释后得到待测样品，采用标准加入法石墨炉原子吸收测定铅的含量。

### 4 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

4.1 水，GB/T 6682，二级。

4.2 浓硝酸（ $\text{HNO}_3$ ）， $\rho=1.40\text{ g/mL}$ ，质量分数是 65%~68%。

4.3 过氧化氢（ $\text{H}_2\text{O}_2$ ）， $\rho=1.11\text{ g/mL}$ ，质量分数 $\geq 30\%$ 。

4.4 基体改进剂：选用何种基体改进剂可通过空白试验来确定，推荐以下几种基体改进剂。

4.4.1 硝酸钯储备溶液，0.4%，取 2.0 g 的  $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$  溶解于 10 mL 的浓硝酸（4.2）中，再用水在容量瓶中将其稀释至 500 mL。有效期半年。

4.4.2 硝酸钯工作溶液，200 mg/L，取 5 mL 硝酸钯储备溶液（4.4.1），用水稀释至 100 mL。溶液即配即用。

4.4.3 磷酸二氢铵+硝酸镁溶液，1%+0.06%，取 1.0 g 的  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$  和 0.06 g 的  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  溶于水，稀释至 100 mL。溶液即配即用。

4.5 铅标准储备溶液，100 mg/L，称取 0.159 8 g 硝酸铅 [ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ] 于烧杯中，加入少量水，再加入 20 mL 的浓硝酸（4.2）溶解后，用水稀释至 1 L。溶液保存在密闭聚乙烯容器中。有效期半年。

### 5 仪器

常规实验室仪器及以下各项。

GB/T 24991—2010

- 5.1 高温烘箱,控温范围:常温~200 °C,控温精度:±2 °C。
- 5.2 压力溶弹,配 100 mL 聚四氟乙烯的内罐。
- 5.3 微波消解仪,配 100 mL 聚四氟乙烯内罐的全密闭消解容器。
- 5.4 电热板,温度可控。
- 5.5 石墨炉法原子吸收光谱仪,配铅空心阴极灯。

6 取样与试样的制备

6.1 取样

试样的采取按照 GB/T 450 或 GB/T 740 的有关规定进行。

6.2 试样的制备

将样品剪成约 5 mm×5 mm 的小块。彻底混匀,防止污染。试样称量前在天平附近至少平衡 20 min。

6.3 水分含量的测定

按照 GB/T 462 测定试样的水分,以计算试样的绝干物含量。

**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。

7 分析步骤

7.1 方法一:高压消解法

7.1.1 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,但不加试样。

7.1.2 试验

做两份试样的平行测定。称取约 0.4 g 的风干试样,精确到 0.001 g,放入压力溶弹(5.2)的聚四氟乙烯内罐中,加入 4 mL 浓硝酸(4.2)、1 mL 过氧化氢(4.3)和 1 mL 水,将压力溶弹放入烘箱(5.1),升温至 95 °C±2 °C,保持 1 h,之后再继续升温至 185 °C±2 °C,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,让二氧化氮烟雾从消解罐中排出,将消解内罐中的溶液用水适当稀释,过滤于 50 mL 的容量瓶内,用水洗涤消解内罐及滤纸数次,洗涤液一并移入容量瓶后定容。

7.2 方法二:微波消解法

7.2.1 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,但不加试样。

7.2.2 试验

做两份试样的平行测定。称取约 0.4 g 的风干试样,精确到 0.001 g,放入微波消解仪(5.3)聚四氟乙烯的内罐中,加入 4 mL 浓硝酸(4.2)、2 mL 过氧化氢(4.3)和 2 mL 水,放入微波消解仪。根据微波消解仪的使用说明书,选择适当的控制方式(控制方案可参见附录 A),消解反应,冷却,取出消解罐,并在通风柜中打开。让二氧化氮烟雾从消解罐中排出,将消解内罐中的溶液用水适当稀释,过滤于 50 mL 的容量瓶内,用水洗涤消解内罐及滤纸数次,洗涤液一并移入容量瓶后定容。

注:由于微波消解仪以及消解罐容积的不同,根据微波消解仪使用说明书的要求调整试样量。

7.3 铅含量的测定

7.3.1 最终的铅标准工作溶液的浓度取决于所使用的分析仪器,一般情况下,标准工作溶液的浓度为 50 μg/L。准确移取 1 mL 铅标准储备溶液(4.5)于 100 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度得到浓度为 1 mg/L 的稀释液;再准确移取 5 mL 的铅稀释液,用水稀释至 100 mL,溶液即用即配。该标准工作溶液每毫升含有 50 ng 的铅。

7.3.2 根据石墨炉原子吸收光谱仪的操作手册设定参数,并使仪器操作参数最佳化。

注:设定参数的举例参见附录 B。

7.3.3 将空白溶液、待测溶液、铅标准工作溶液(7.3.1)、稀释液(水)及基体改进剂放入仪器的自动进样器,通过仪器的控制程序,分别在石墨管的等量待测溶液中加入不同铅含量的系列工作溶液,表 1 是典型的溶液及其体积的例子。

表 1 标准加入法的举例

单位为微升

待测定液	标准工作溶液	样品	稀释液	基体改进剂(4.4)
空白	0	0	20	5
溶液 1	4	10	6	5
溶液 2	8	10	2	5
溶液 3	10	10	0	5
样品	0	10	10	5

7.3.4 在 283.3 nm 处测定各溶液的吸光度。以铅浓度为 X 轴,溶液的吸光度为 Y 轴,绘制一条直线,此直线的相反方向与 X 轴相交,交叉点的值即为待测溶液的铅含量。

7.3.5 按式(1)计算试样中的铅含量。

铅含量以铅的质量分数  $X_{Pb}$  计,数值以微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )表示,按式(1)计算。

$$X_{Pb} = \frac{(A_1 - A_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_{Pb}$ ——试样中铅的含量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

$A_1$ ——待测溶液中铅的浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ );

$A_0$ ——空白试液中铅的浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ );

$V$ ——待测溶液的总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样的绝干质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。两测试结果的绝对差值不得大于算术平均值的 20%,以平均值作为测试结果。

## 8 质量保证和控制

8.1 试样在称量前在天平附近平衡 20 min,可解决因试样本身的水分变化而导致称量数据的不稳定。

8.2 微波消解可有不同的控制方式,有多种温度/压力/功率、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。

8.3 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。

8.4 当采用石墨炉原子吸收法进行分析时,一般采用标准加入法测定。但在实践中,只要不受基体干扰,可采用标准曲线法进行测定,但应注意控制工作曲线的酸度与待测溶液一致。

8.5 采用密闭湿法消解、石墨炉法测定时,如有条件,可在消解后增加赶酸工序——将消解内罐放入配套的加热板上加热,直至罐内剩余 2 mL 的溶液,再进行稀释、过滤、定容。增加赶酸工序可降低待测溶液的酸度,标准加入法测定时可直接用水作为稀释液,延长石墨管的使用寿命。

## 9 精密度

由于痕量分析的精密度取决于样品的消解特性、基体和材料组分的均匀性,所以方法的精密度难以

GB/T 24991—2010

用一般性的数据来说明。若进行重复性测定,重复测定的结果在平均值的±10%以内,可认为重复性满意。

在金属元素的痕量分析中,由于样品固有的不均匀性,重复测试的结果可能会不一致。

实验室间比对说明,若不同实验室间的测试结果相差在30%以内,是可接受的。当测试结果接近方法检出限时,很难达到这样的重复性。

10 试验报告

试验报告应包括下列项目:

- a) 参照本国家标准编号;
- 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(方法一、方法二);
- e) 测试仪器的描述;
- f) 测试的平均值;
- 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 ETHOS TC 微波消解仪**

控制程序:温度主控。

步骤	爬坡时间/min	温度/°C	保持时间/min
1	5	90	—
2	10	140	—
3	5	180	10~30 <sup>1)</sup>

**A.2 Mars 微波消解仪(配超高压消解罐)**

控制程序:温度主控,压力辅控。

步骤	爬坡时间/min	压力/psi <sup>2)</sup>	温度/°C	保持时间/min
1	5	400	95	5
2	5	400	185	15~30 <sup>1)</sup>

**A.3 Mars 微波消解仪(配高处理量消解罐)**

控制程序:温度主控。

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.4 Multiwave 3000 微波消解仪**

控制程序:温度主控,安全升压速度 0.3 bar/s<sup>3)</sup>。

步骤	爬坡时间/min	温度/°C	保持时间/min
1	5	150	10
2	10	240	20

**A.5 MWS-3+ 微波消解仪**

控制程序:温度主控。

步骤	爬坡时间/min	温度/°C	保持时间/min
1	5	165	5
2	1	185	5~20 <sup>1)</sup>
冷却	1	100	10

1) 根据样品消解的难易程度调整时间,一般有涂布、填料多的样品选择长一点的消解时间。

2) 1 psi=6.895 kPa。

3) 1 bar/s=100 kPa/s。

附录 B  
(资料性附录)

石墨炉法原子化设定参数举例

波长:283.3 nm;  
狭缝:0.7 nm;  
灯电流:5 mA;  
升温过程:

步骤	温度/℃	爬坡时间/s	保持时间/s
1	110	5	30
2	130	15	30
3	850	10	20
4	1 600	0	4
5	2 450	1	3

塞曼效应扣背景。

---



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
纸、纸板和纸浆 铅含量的测定  
石墨炉原子吸收法  
GB/T 24991—2010

\*

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.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2010年9月第一版 2010年9月第一次印刷

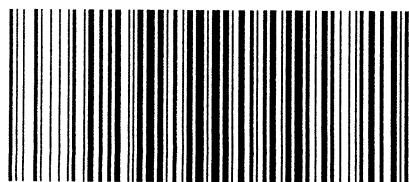
\*

书号: 155066·1-40316 定价 16.00 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



GB/T 24991-2010