

ICS 85-010
Y 30



中华人民共和国国家标准

GB/T 24990—2010

GB/T 24990—2010

纸、纸板和纸浆 铬含量的测定

Paper, board and pulps—Determination of chromium

中华人民共和国
国家标准
纸、纸板和纸浆 铬含量的测定
GB/T 24990—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

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 15 千字
2010年9月第一版 2010年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-40315 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 24990-2010

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

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 ¹⁾

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 ²⁾	温度/°C	保持时间/min
1	5	400	95	5
2	5	400	185	15~30 ¹⁾

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/s³⁾。

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 ¹⁾
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。

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、国家纸张质量监督检验中心。

本标准主要起草人:徐嵘、陈旭辉、顾浩飞、杨左军、魏东。

50 μg/L。准确移取 1 mL 铬标准储备溶液(4.6),用水稀释至 100 mL 得到浓度为 1 mg/L 稀释液;再准确移取 5 mL 的铬稀释液,用水稀释至 100 mL,溶液即用即配。

8.2.2 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。

8.2.3 将空白溶液、待测溶液、铬标准工作溶液(8.2.1)、水(4.1)及基体改进剂放入仪器的自动进样器中,通过仪器的控制程序,在石墨管中分别在等量的待测溶液中,加入不同铬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(4.5)
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

8.2.4 在 357.9 nm 处测定各溶液的吸光度。以铬浓度为 X 轴,溶液的吸光度为 Y 轴,通过四点划一条直线,此线的相反方向与 X 轴相交,交叉点的值即为待测溶液的铬含量。

注:如四点不在一条直线,则可选择拟合得最好的一条线,若从图形可明显看出测试的精度很差时,重复测试。如坐标上的四点仍然十分离散,则说明有严重的误差或测定结果超出了检出限。

8.2.5 结果计算

铬含量以铬的质量分数 X_{Cr} 计,按式(1)计算:

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

式中:

X_{Cr} ——试样中铬的含量,单位为微克每千克(μg/kg);

c_1 ——试验溶液中铬的浓度,单位为微克每升(μg/L);

c_0 ——空白试液中铬的浓度,单位为微克每升(μg/L);

V ——试验溶液的总容积,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。

8.3 火焰原子吸收法

8.3.1 用移液管分别准确移取 0 mL、0.5 mL、1 mL、1.5 mL、2 mL 的铬标准储备溶液(4.6)于 50 mL 的容量瓶中,加入 2.5 mL 的浓硝酸(4.2),加水定容,每毫升上述标准溶液分别含铬 0 μg、1.0 μg、2.0 μg、3.0 μg、4.0 μg。

8.3.2 根据火焰原子吸收光谱仪操作手册设定参数,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,按式(2)计算试样的铬含量。

8.3.4 结果计算

铬含量以铬的质量分数 X_{Cr} 计,按式(2)计算:

$$X_{Cr} = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (2)$$

纸、纸板和纸浆 铬含量的测定

1 范围

本标准规定了纸、纸板和纸浆中微量的铬含量的测定方法。

本标准适用于各种可用于干法消解或硝酸湿法消解以检测样品中铬含量的纸、纸板及纸浆。

方法的检出限取决于所采用的仪器,用火焰法原子吸收测定,一般为 10 mg/kg,用石墨炉法原子吸收测定,一般为 50 μg/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—2002,ISO 186:1994,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,NEQ)

3 原理

3.1 干法消解

将试样高温灼烧灰化后,溶于硝酸,采用标准曲线法火焰原子吸收测定铬的含量。

注:因高温灼烧后不溶于硝酸的高岭土或瓷土等无机物,会对样品中的铬产生吸附,故本方法仅适用于采用火焰法进行铬含量测定的纸浆或未涂布高岭土及无机填料较少的纸和纸板。可在测试过程中同时进行加标回收试验以判断方法的适用性。

3.2 密闭湿法消解

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,根据检验的限量要求,选择标准曲线法火焰原子吸收或标准加入法石墨炉原子吸收测定铬的含量。

3.3 常压湿法消解

用浓硫酸将试样炭化,加入硝酸加热消解,得到澄清的待测样品,根据检验的限量要求,选择标准曲线法火焰原子吸收或标准加入法石墨炉原子吸收测定铬的含量。

注:因不溶于加热的混合酸的高岭土或瓷土等无机物,会对样品中的铬产生吸附,故本方法仅适用于纸浆,可在测试过程中同时进行加标回收试验以判断方法的适用性。

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,符合 GB/T 6682 的二级水。

4.2 浓硝酸(HNO₃),1.40 g/mL,质量分数是 65%~68%。

4.3 硫酸(H₂SO₄),1.83 g/mL,质量分数约 95%~98%。

4.4 过氧化氢(H₂O₂),1.11 g/mL,质量分数大于等于 30%。