



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—202X

烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第4部分： 铅和铅化合物含量的测定 X-射线荧光 光谱法

Fireworks — Test methods for determination of specific chemical substances —
Part 4: Analysis of lead and lead compounds by X-ray Fluorescence spectrometry

(ISO 22863-4:2021)

草案版次选择

本稿完成时间：2024-03-20

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 录

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 仪器	1
6 标准物质与化学试剂	2
7 校准	2
8 程序	2
9 准确度与精密度	2
10 试验报告	2

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国烟花爆竹标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：湖南省烟花爆竹产品安全质量检验中心。

本文件主要起草人：赵元成。

GB/T XXXXX-1是下列系列标准的一部分：

- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第1部分：总则
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第2部分：六氯代苯含量的测定 气相色谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第3部分：铅和铅化合物含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第4部分：铅和铅化合物含量的测定 X-射线荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第5部分：铅和铅化合物含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第6部分：粒度小于40 μm 铅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第7部分：氯酸盐含量的测定 化学滴定分析法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第8部分：砷含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第9部分：汞含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第10部分：硝化纤维素中氮含量的测定 硫酸亚铁滴定法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第11部分：磷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第12部分：苦味酸含量的测定 高效液相色谱法

烟花爆竹 特定化学物质检测方法 第4部分：铅和铅化合物含量的测定 X-射线荧光光谱法

1 范围

本文件规定了用x射线荧光光谱法(XRF)测定烟花爆竹烟火药中铅和铅化合物含量的测定方法。本方法适用于烟花爆竹烟火药中铅含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

ISO 22863-1 烟花-特定化学物质的检测方法 第1部分 总则。

3 术语和定义

GB/T XXXXX.1中界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法原理

在XRF分析中，x射线源照射样品。源可以是x射线管或密封的放射性同位素。当样品受到x射线照射时，源x射线可能会被样品原子散射或吸收。当一个原子吸收源x射线时，入射的辐射会把电子从原子的最内层移走，产生空位。来自外层的电子将填补内层的空缺，并发射x射线光子。发射出的x射线的能量取决于壳层与初始空位的能量之差以及填补空位电子的能量之差。每个原子都有特定的能级，所以发射的辐射是该原子的特征。通过测量辐射的能量，就有可能确定样品中存在哪些元素。通过测量发射能量的强度，就有可能量化样品中某种特定元素的含量。

该试验方法使用能量色散x射线荧光(EDXRF)光谱法检测均质烟火药剂中的铅(Pb)含量。该方法适用于含铅质量分数在(100~50 000)mg/kg范围内的烟火药剂。质量分数小于100mg/kg(100 ppm)时，应采用其他测试方法。

管样检测器组件的几何形状（摆放）需要保持恒定。因此，通常将样品制备成压缩的平面圆盘，然后放置在离管窗很近的地方，对放置和样品圆盘表面的平整度严格要求以保证x射线通量可重复。

5 仪器

5.1 尼通 XL3t900S 便携式 XRF 光谱仪或等效的 XRF 分析仪。

5.2 分析天平：精度 0.1 mg。

5.3 烘箱：能够保持(105±5)℃的温度。

5.4 室温干燥器。

6 标准物质与化学试剂

6.1 铅 (Pb) 标准溶液: 1000mg/L。

6.2 变色硅胶: SiO₂>95 %。

7 校准

如果仪器自动校准程序无效时, 按下列方法制定校准曲线。

使用铅标准溶液 (6.1) 配制浓度不同的铅含量溶液, 使用XRF光谱仪 (5.1), 得到校准曲线。根据最小二乘法, 用二次回归公式或线性回归公式得到标准参考铅含量与x射线强度的关系如公式 (1) 所示:

$$W_{Pb} = aI_{Pb}^2 + bI_{Pb} + c \dots\dots\dots(1)$$

式中:

W_{Pb} ——铅含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

I_{Pb} ——铅的x射线强度;

a 、 b 、 c ——系数(在线性函数方程的情况下, $a = 0$)。

当校准使用外部数据时, 通过分析多个参考数据来验证校准。

8 程序

8.1 打开并加热 XRF 分析仪, 至少持续 15 分钟。

8.2 按照仪器操作手册要求使用 NIST 参考标准(见第 7 条)对 XRF 分析仪 (5.1) 进行校准。

8.3 将样品 (约 10g) 放入烤箱 (5.3), 105℃ 烘干至少两小时 (最好是四小时), 之后将其转移至室温干燥器 (5.4) 干燥至恒重, 并观察样品是否足够均匀。

8.4 将干燥至恒重的样品装入样品盘中, 尽量保持样品表面光滑, 使探头与样品有良好的接触。

8.5 样品测量时间不得少于 60s。

8.6 应重复测量样品不同位置至少两次。

8.7 利用 XRF 分析仪计算样品的铅 (Pb) 含量, 单位为 mg/kg, 四舍五入精确到 1mg/kg, 根据分析范围的不同, 有效数字最多可为 3 位。

8.8 计算减去水分含量后的干燥质量, 并报告基于干燥样品质量的结果。

9 准确度与精密度

该检测方法的准确性和精密度可在未来对照参考样品的实验室间研究的基础上发展。对于较小的测量值, 通常可以使用相对标准偏差在 25% 的新型改进技术。

10 试验报告

试验报告应至少包括以下信息:

——测试实验室的名称和地址;

——签发日期;

——参考本文件;

- 样品的必要说明以及如何根据ISO 22863 1获得样品；
 - 定性分析和定量分析的认识；
 - 分析结果；
 - 执行测试时发生的任何异常。
-