



中华人民共和国国家标准

GB/T 33046—2016

橡胶制品 钴含量的测定 原子吸收光谱法

Rubber products—Determination the content of cobalt—
Atomic absorption spectrometry

2016-10-13 发布

2017-05-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶制品 钴含量的测定
原子吸收光谱法
GB/T 33046—2016

*

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

2016年11月第一版

*

书号: 155066 • 1-54861

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位:广州市华南橡胶轮胎有限公司、北京橡胶工业研究设计院、广州合成材料研究院有限公司、赛轮金宇集团股份有限公司、沈阳市化工学校、山东玲珑轮胎股份有限公司。

本标准主要起草人:梁亚平、岳敏、覃红阳、李小雯、王毅、栾德文、周秀良、李海燕、张丽萍。

橡胶制品 钴含量的测定

原子吸收光谱法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了采用原子吸收光谱法测定橡胶制品中钴含量的方法。

本标准适用于混炼胶或硫化橡胶制品中钴含量的测定。

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

GB/T 14838 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定

3 原理

将混炼胶或橡胶制品试样灰化，灰分溶解于硝酸中，配制成适当浓度的溶液，然后导入原子吸收光谱仪的空气-乙炔火焰上或样品通过电热等原子化系统从而产生样品蒸汽。蒸汽中钴元素的基态原子吸收钴空心阴极灯发射出的特征电磁辐射，通过测定钴原子的吸光度来定量测定钴元素的含量。

4 试剂

4.1 本方法所用的试剂，在没有注明其他要求时，均使用优级纯试剂。本方法使用 GB/T 6682 规定的二级水。

4.2 硝酸： $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

4.3 硝酸溶液：1+1。

4.4 硝酸溶液：1+100。

4.5 硫酸： $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.6 钴粉：光谱纯。

4.7 钴标准溶液(1 000 mg/L)

1 000 mg/L 钴标准溶液的获取有两种方式：

方法一：称取 1.000 g 钴粉(精确至 0.1 mg)，置于烧杯中，加入 20.00 mL 硝酸(4.2)，加热溶解完全，冷却后转入 1 000 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.4)稀释至刻度，摇匀。

方法二：直接购买市售的 1 000 mg/L 的硝酸钴标准溶液。

4.8 钴标准溶液(100 mg/L)

移取 10.00 mL 钴标准溶液(4.7)于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.4)稀释到刻度，摇匀。

5 仪器

5.1 原子吸收光谱仪:仪器的操作应根据仪器说明书上规定的最佳条件进行。

5.2 钴空心阴极灯,推荐最佳波长:240.73 nm。

5.3 分析天平:精确至 0.1 mg。

5.4 马弗炉:可控温度 $(550 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ 或 $(950 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 调温电炉。

5.6 瓷坩埚:50 mL。

5.7 量杯:20 mL。

5.8 容量瓶:100 mL、250 mL、1 000 mL。

5.9 刻度吸管:5.00 mL。

5.10 移液管:10.00 mL。

6 操作步骤

6.1 试样的制备

6.1.1 试样的灰化

6.1.1.1 干法灰化

对于不含卤素试样,采用干法灰化。称取试样约 0.35 g(精确至 0.1 mg),可视仪器性能将试样量放大到 5 g 以内。将试样剪成粒径不大于 1 mm 的颗粒状,放入瓷坩埚中,在调温电炉上低温炭化完全,然后将坩埚转移到炉温为 $(550 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中继续加热直至灰化完全。

6.1.1.2 湿法灰化

对于含卤素试样或未知试样采用湿法灰化。称取试样约 0.35 g(精确至 0.1 mg),可根据仪器性能将试样量放大到 5 g 以内。将试样剪成粒径不大于 1 mm 的颗粒状,放入瓷坩埚(5.6)中,加入约 3 mL 的硫酸(4.5)使试样消化(硫酸的量可根据试样溶胀程度和反应剧烈程度慢慢增加)。将装有试样的坩埚置于石棉板的孔内。在通风橱内用电炉慢慢加热。如果反应开始阶段,试样膨胀严重,则撤掉热源以避免试样可能的损失。当反应变得较慢时,升高温度,直到过量的硫酸挥发掉,留下干的炭化残余物为止。将盛有残余物的坩埚移入温度为 $(950 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中加热直至灰化完全。

6.1.2 灰分的溶解

试样灰化后冷却至室温,用量杯(5.7)取 15 mL 硝酸溶液(4.3)将灰分转移到烧杯中,置电炉上小心加热至完全溶解,冷却至室温,转移至 250 mL 容量瓶(5.8)中(若灰分不能完全溶解,需将溶液过滤),用水稀释至刻度,摇匀。

6.2 标准曲线的绘制

6.2.1 标准溶液的制备

用 5.00 mL 刻度吸管(5.9)准确吸取如表 1 所示不同体积的钴标准溶液(4.8),分别置于 5 个洁净的 100 mL 容量瓶(5.8)。然后用硝酸溶液(4.4)稀释至刻度并摇匀,制备出钴标准溶液,应确保被测钴试液的含量在标准溶液的浓度范围内。

表 1 钴标准溶液参考表

移取钴标准溶液(4.8)的体积/mL	制备得到的钴标准溶液浓度/(mg/L)
0.50	0.50
1.00	1.00
1.50	1.50
2.00	2.00
2.50	2.50

6.2.2 标准空白溶液的制备

标准空白溶液:硝酸溶液(4.4)。

6.2.3 标准溶液吸光度的测定

开启原子吸收光谱仪,待仪器充分稳定,将钴空心阴极灯放置合适位置,选择波长为 240.73 nm 的最佳测试条件进行测试。

按照浓度由低到高顺序依次吸取钴标准溶液(6.2.1)至火焰上,分别测定其吸光度,减去标准溶液的空白溶液的吸光度,作为校正后的吸光度。每一次测定后应清洗燃烧器。

6.2.4 标准曲线的绘制

以浓度为横坐标,校正后的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3 被测液吸光度的测定

按照 6.2.3 中测试吸光度的步骤测试试样溶液的吸光度,同时做空白试验,试样溶液吸光度减去空白试验的吸光度,得到校正后的吸光度。

如果试样溶液的吸光度大于最高标准溶液的吸光度,则用适量的硝酸溶液(4.4)进行稀释。操作如下:

准确吸取适量试液放入 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.4)稀释至刻度,使试样溶液浓度在系列标准溶液浓度范围内,然后再按照 6.2.3 步骤测其吸光度。

7 结果表示

7.1 试验结果的计算

试样中钴的质量分数 $w(\%)$,用校正后的吸光度直接从标准曲线中查出钴含量的浓度,按式(1)进行计算:

$$w = \frac{(c - c_0)V}{m} \times 10^{-6} \times f \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——标准曲线中查到的试液浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——标准曲线中查到的空白溶液浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量,单位为克(g);

GB/T 33046—2016

 f ——稀释倍数。

同一实验室试验至少平行测定两次,结果取两次的算术平均值,且两次平行测定值之差不大于其算术平均值的 5.61%。结果保留到小数点后两位。

7.2 精密度

用来表示重复性和再现性的精密度计算是按照 GB/T 14838 进行的。

含卤素样品 A、B 和不含卤素样品 C、D 中钴含量 I 型 精密度计算结果见表 2:

表 2 精密度数据

样品	钴平均含量/%	实验室内重复性		实验室间再现性	
		r	(r)	R	(R)
A	0.13	0.008 0	6.30	0.028 4	22.35
B	0.09	0.003 9	4.21	0.021 7	23.57
C	0.12	0.007 3	6.26	0.030 8	26.34
D	0.08	0.004 4	5.42	0.027 3	33.47
合并值		0.006 2	5.61	0.027 3	26.78
注: r ——重复性,质量分数; (r) ——重复性,平均值的相对百分数; R ——再现性,质量分数; (R) ——再现性,平均值的相对百分数。					

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 本标准的编号;
- 试样的详细信息;
- 仪器的类型;
- 测试结果;
- 试验中出现的任何异常情况;
- 试验日期。



GB/T 33046-2016

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-54861