



中华人民共和国国家标准

GB/T 29607—2013

橡胶制品 镉含量的测定 原子吸收光谱法

Rubber product—Determination of cadmium content—
Atomic absorption spectrometry

2013-07-19 发布

2013-12-01 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

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通用试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准起草单位：杭州中策橡胶有限公司、贵州轮胎股份有限公司、山东玲珑轮胎有限公司、北京橡胶工业研究设计院、北京市理化分析测试中心。

本标准主要起草人：杨煜、项蝉、董爱景、周吉、陈少梅、岳敏、李海燕、吴赞、姜于、李林涛。

橡胶制品 镉含量的测定 原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了采用原子吸收光谱仪测定橡胶制品中镉含量的方法。

本标准适用于橡胶制品中镉含量的测定,特别是橡胶轮胎中镉含量的测定。

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 4498 橡胶 灰分的测定

GB/T 17783 硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验

3 原理

不含卤素的样品用干法灰化。含卤素的试样用硫酸和硝酸进行处理,蒸发残余酸后灰化。灰分与乙酸铵共煮溶解镉。如果有不溶性硅酸盐存在,要用盐酸、硝酸和过氧化氢一起煮沸,以转化成氯化物。试样溶解后,配置成适当浓度的溶液,以镉空心阴极灯为光源,测定相应波长的吸光度。根据在相同条件下确定的镉标准工作曲线,计算试样中相应元素的含量。

4 试剂

4.1 分析过程中,应使用分析纯试剂和去离子水或纯度与之相当的水。

4.2 硝酸: $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

4.3 硫酸: $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.4 盐酸:1+2(体积比)。

4.5 乙酸铵溶液:180 g/L。

4.6 镉标准溶液:1 mg/mL(可以购买或自行配制)。

4.7 过氧化氢溶液:30%(质量分数)。

4.8 硝酸银溶液:10 g/L。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计。

5.2 分析天平:精确到0.1 mg。

5.3 高温炉:可控温度 $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 电热板或沙浴。

5.5 瓷蒸发皿:100 mL。

5.6 50 mL 凯式烧瓶(或其他适当玻璃容器,要高型窄口)。

5.7 小玻璃漏斗。

5.8 瓷坩埚;50 mL。

6 取样

按照 GB/T 17783 规定进行取样。

7 分析步骤

7.1 试样的制备

7.1.1 试样的灰化

7.1.1.1 干法灰化

称取约 0.15 g(精确至 0.000 1 g,可根据样品中被测物浓度大小适当增加或减少),剪成粒径不大于 1 mm 的颗粒。将试样放入瓷坩埚中,按照 GB/T 4498 规定的方法 A 进行灰化,炉温为 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.1.1.2 湿法灰化

如含卤素试样,则用湿法灰化。称取约 0.15 g(精确至 0.000 1 g,可根据样品中被测物浓度大小适当增加或减少),剪成粒径不大于 1 mm 的颗粒,将试样放入 50 mL 凯式烧瓶(5.6)(可适当放小玻璃漏斗防飞溅,由于硫酸加入后加热反应比较剧烈)中,加入 3 mL 的硫酸(4.3)。在电热板或沙浴上缓慢加热至试样完全溶解,加入 1 mL 的硝酸(4.2),继续加热直至橡胶完全分解。如反应不完全再加入 0.5 mL 硝酸(4.2)继续加热至消化液透明(最多加入的硝酸总量为 2 mL)。然后把它转移到 100 mL 的蒸发皿中,蒸发至近干,按照 GB/T 4498 规定的方法 A 进行灰化,炉温为 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

对于未知样品可采取湿法灰化。

7.1.2 灰分的溶解

试样灰化后冷却至室温,加 15 mL 乙酸铵溶液,煮沸,用定量滤纸过滤至 100 mL 容量瓶中(滤液 A),用 15 mL 去离子水分 3 次洗涤滤纸,洗液并入滤液 A 中,滤灰化,于 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灰化完全。

冷却至室温,加入 10 mL 盐酸(4.4)、5 mL 硝酸(4.2)和 1 mL 的过氧化氢溶液(4.7),煮沸约 10 min,冷却、过滤,用去离子水洗涤滤纸至无氯离子(用硝酸银溶液测试无白色沉淀),用蒸气浴蒸发至干,并用去离子水溶解残渣。然后将其并入滤液 A 中,用盐酸(4.4)稀释至刻度。

7.2 标准曲线

7.2.1 标准溶液的制备

用盐酸溶液(4.4)配置浓度为 $0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $0.05\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $0.1\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $0.2\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $0.5\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的镉标准溶液。

7.2.2 标准溶液的空白溶液的制备

盐酸溶液(4.4)。

7.2.3 标准溶液吸光度的测定

启动光谱仪,使仪器充分稳定,把空心阴极灯放置合适位置,调整适当的波长(228.8 nm)选择仪器的最佳测试条件。

按照浓度由低到高顺序依次测定镉的吸光度,减去标准溶液的空白溶液的吸光度,作为校正后的吸光度。

7.2.4 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。

7.3 试液吸光度的测定

7.3.1 样品试液吸光度的测定

按照 7.2.3 中测试吸光度的步骤测试样品溶液的吸光度,每个试样测试 2 次,取算术平均值。同时做空白试验。试液吸光度减去空白溶液的吸光度,得到校正后的吸光度。如果样品中被测物质含量超出标准曲线浓度范围上限,可以适当稀释使样品中被测物质含量在标准曲线浓度范围内。

7.3.2 空白试验

不加试样,其他测试步骤与 7.1 和 7.2.3 测试吸光度的步骤相同。

为提高分析结果的准确性,可采用标准加入法。见附录 A。

8 分析结果表示

8.1 试验结果的计算

试样中镉的含量 W ,用校正后的吸光度直接从标准曲线中查出试验中加入标准溶液中被测物的浓度,按式(1)进行计算:

$$W = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times f} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

W —— 镉的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ —— 标准曲线中查到的试液浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 —— 标准曲线中查到的空白溶液浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V —— 试液体积,单位为毫升(mL);

m —— 样品的质量,单位为克(g);

f —— 稀释的倍数。

8.2 试验次数

试验至少平行进行 2 次,结果取 2 次的算术平均值。

8.3 精密度

同一试验室平行测定 2 次结果之相对偏差不大于 10%。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准的编号；
- b) 试样的详细信息；
- c) 仪器的类型(火焰、石墨炉原子吸收仪分光光度计)；
- d) 测试结果；
- e) 试验中出现的任何异常情况；
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
标准加入法

为了提高低浓度样品试验的准确性,可采用标准加入法测定镉含量。

可按下述步骤做标准加入法。从准备的试液中取相同体积 4 份。其中 3 份加入已知的但不同体积的镉混合标准溶液,分别在容量瓶中用盐酸(4.4)稀释至相同体积。分别测定 4 份溶液镉的吸光度。溶液的浓度为 X 轴($\mu\text{g/mL}$),吸光度为 Y 轴,延长直线到与 X 轴相交(吸光度为 0),在与 X 轴交点处读出试液中镉的浓度,计算试液中镉的含量如图 A.1 所示。

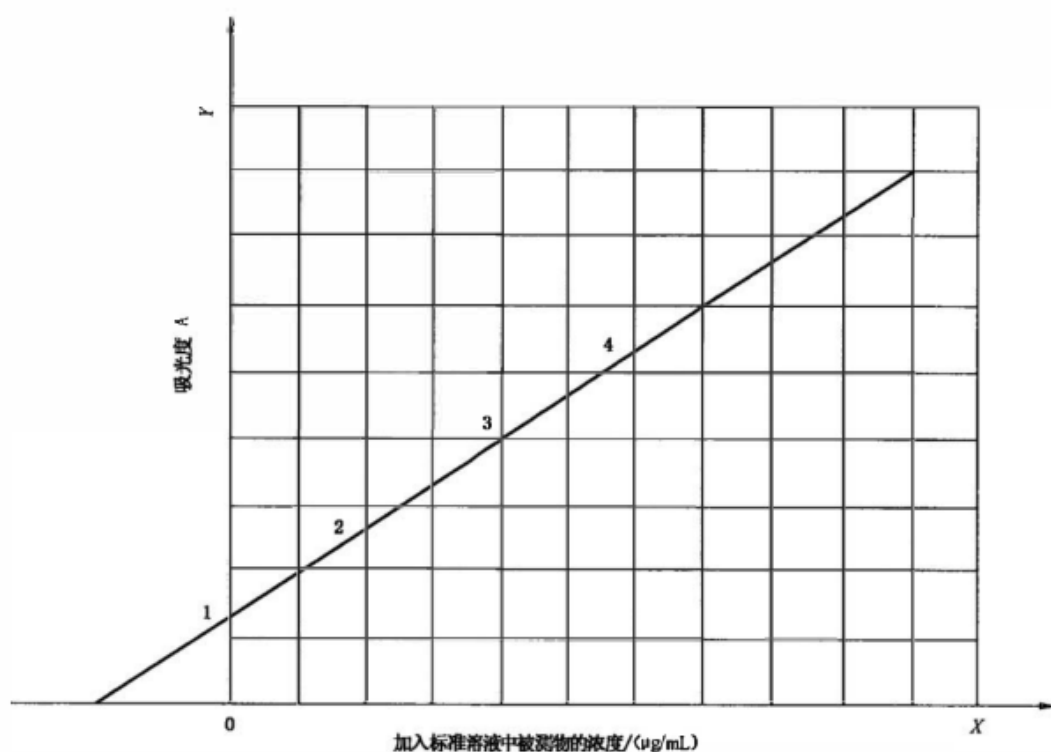


图 A.1 标准加入法示例