



中华人民共和国国家标准

GB/T 9874—2001
eqv ISO 6101-2:1997

橡胶中铅含量的测定 原子吸收光谱法

Rubber—Determination of lead content
by atomic absorption spectrometry

2001-08-28 发布

2002-05-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准是等效采用 ISO 6101-2:1997《橡胶中金属含量的测定—原子吸收光谱法 第2部分:铅含量的测定》,对国家标准 GB/T 9874—1988《硫化橡胶中铅含量的测定 原子吸收光谱法 第三部分:铅含量的测定》修订而成的。

本标准与 ISO 6101-2:1997 的主要差异:

——称样品量由 0.5 g~2 g 改为 0.15 g 左右。

本标准与 GB/T 9874—1988 的主要差异:

——样品中铅含量的测定从(5~100) $\mu\text{g/mL}$ (0.000 5%~0.1%),到样品中铅含量无测定限制;

——标准高纯铅含量由 99.999%改为 $\geq 99.95\%$;

——增加了标准加入法。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 9874—1988。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学分技术委员会归口。

本标准负责起草单位:上海橡胶制品研究所。

本标准主要起草人:忻仁芬、王美芬。

本标准于 1988 年 7 月首次发布。

ISO 前言

国际标准化组织(ISO)是各国标准化组织(ISO 成员团体)的世界性联合机构,制定国际标准的工作,通过 ISO 各技术委员会进行。凡对已建立技术委员会的项目感兴趣的成员团体,均有权参加该委员会,凡与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织也可参加此项工作。ISO 在所有有关电工标准化方面都与国际电工委员会(IEC)密切合作。

各技术委员会采纳的国际标准草案,寄发各成员团体,至少有 75% 的成员团体赞成后可公布国际标准。

国际标准 ISO 6101 由 ISO/TC45 橡胶和橡胶制品技术委员会制定。

本标准第二版废止,并代替了第一版(ISO 6101-2:1986),并做了技术修订。

附件 A 是本国际标准的一个组成部分。

中华人民共和国国家标准

橡胶中铅含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 9874—2001
eqv ISO 6101-2:1997

Rubber—Determination of lead content
by atomic absorption spectrometry

代替 GB/T 9874—1988

警告:使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家有关法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了采用原子吸收光谱法测定橡胶中铅含量的方法。

本标准适用于生胶、混炼胶和橡胶制品。对于铅的浓度无测定限度。只要适当调整试样的量或所用溶液的浓度就可以测定较高或较低的浓度。用标准加入法可以降低测定的下限。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4498—1997 橡胶 灰分的测定(eqv ISO 247:1990)

GB/T 8290—1987 天然浓缩胶乳 取样(neq ISO 123:1985)

GB/T 15340—1994 天然、合成生胶取样及制样方法(idt ISO 1795:1992)

GB/T 17783—1999 硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验(idt ISO 4661-2:1987)

3 原理

不含卤素试样用干法灰化。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铅。如有不溶性硅酸铅存在,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,配成适当浓度的溶液,以铅空心阴极灯为光源,测定波长为 283.3 nm 的吸光度,根据在相同条件下确定的铅标准工作曲线,计算试样中铅含量。

4 试剂

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。

4.1 硝酸: $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

4.2 硫酸: $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.3 盐酸: $\rho=1.18\text{ g/mL}$ 。

4.4 盐酸溶液:1+2(V+V)。

4.5 过氧化氢溶液:30%(m/m)。

4.6 乙酸铵溶液:称取 180 g 乙酸铵溶解于 1 L 水中。

4.7 铅标准溶液

4.7.1 铅标准溶液 1 mg/mL: 称取 1.000 0 g 高纯铅(纯度 $\geq 99.95\%$), 精确至 0.1 mg。放入 100 mL 烧杯中, 加入 30 mL 水和 20 mL 硝酸(4.1), 在电炉上煮沸以溶解铅, 直至溶液体积少于 20 mL, 冷却后把溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液(4.4)稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液 1 mL 含铅 1 mg。

4.7.2 铅标准溶液 10 $\mu\text{g/mL}$: 用移液管吸取 10 mL 铅标准溶液(4.7.1)于 1 000 mL 容量瓶中。用盐酸溶液(4.4)稀释至刻度摇匀。此标准溶液 1 mL 含铅 10 μg 。需当天配制。

5 仪器

一般实验室常用仪器和以下装置。

5.1 原子吸收分光光度计。

5.2 天平: 分度值 0.1 mg。

5.3 马福炉: 可控制在 $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ 。

5.4 电热板或砂浴。

5.5 瓷蒸发皿: 100 mL。

6 取样

6.1 生胶按 GB/T 15340 规定操作取样。

6.2 混炼胶、硫化胶按 GB/T 17783 规定操作取样。

6.3 乳胶按 GB/T 8290 规定操作取样。

7 分析步骤

7.1 试液的制备

7.1.1 试样的灰化

7.1.1.1 干法灰化: 称取约 0.15 g^{1]}剪细的试样(称准至 0.000 1 g)于瓷坩埚中, 以下按 GB/T 4498—1997 规定的方法 A 灰化。

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 剪细的试样(称准至 0.000 1 g)于 100 mL 烧杯中, 加 3 mL 硫酸^{2]}在电热板或砂浴上缓慢加热至试样完全分解, 加入 1 mL 硝酸^{3]}, 继续加热直到橡胶完全分解, 并冒白烟。然后把它转移到 100 mL 蒸发皿中, 蒸发至近干, 按 GB/T 4498—1997 规定的方法 A 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(4.6), 煮沸, 用定量滤纸过滤于 50 mL 容量瓶中(滤液 A), 滤纸和残渣放入瓷坩埚于 $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ 马福炉中灰化完全。

冷却至室温, 加 10 mL 盐酸(4.3)、5 mL 硝酸(4.1)和 10 滴过氧化氢(4.5), 煮沸约 10 min。冷却、过滤, 在蒸气浴蒸发至干, 并用水溶解残渣。然后将其加入滤液 A 中, 用盐酸溶液(4.4)稀释至刻度。

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 标准溶液的制备

7.2.1.1 按表 1 吸取不同体积铅标准溶液(4.7.2)分别加入五个 100 mL 容量瓶中, 用盐酸溶液(4.4)稀释至刻度, 摇匀。

采用说明:

1] ISO 6101-2:1997 称样量为 0.5 g~2 g。

2] ISO 6101-2:1997 为加 10 mL~15 mL 硫酸。

3] ISO 6101-2:1997 为加 5 mL 硝酸。

表 1 标准校正溶液

铅标准溶液的体积/mL	溶液中铅的浓度/ $\mu\text{g/mL}$
50	5
20	2
10	1
5	0.5
0	0
注：标准溶液在使用前配制	

7.2.1.2 如果试样用硫酸和乙酸铵制备,标准溶液及空白溶液加入同样量的硫酸和乙酸铵。

7.2.2 标准溶液的吸光度测定

启动光谱仪,使仪器充分稳定,把铅空心阴极灯放置适当位置,将波长调至 283.3 nm 处,选择仪器最佳测试条件。

依次吸收铅标准溶液,测其吸光度,每种溶液测两次,取其平均值。测定标准溶液空白溶液和试液溶液时,吸液速度应保持稳定。每测一次,须吸水清洗燃烧器。

7.2.3 标准曲线的绘制

以铅的标准溶液浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,以相应的经过空白溶液校正的铅标准溶液的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

7.3 试液的吸光度测定

按 7.2.2 测定试液的吸光度,每种试液测两次,取平均值,同时在相同条件下做空白试验。

如果试液的吸光度大于铅标准溶液的最大吸光度,可吸取 V 体积试液(7.1.2)于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.4)稀释至刻度。使试液的吸光度在标准曲线的线性范围内。然后再测其吸光度。

7.4 空白试验

在测定试液的同时,用盐酸溶液(4.4)进行空白试验。如果试样制备中用硫酸和乙酸铵,则空白试验的制备也应采用同样步骤。

注：为提高测定结果的可靠性,可采用标准加入法[见附录 A(标准的附录)]。

8 分析结果表示

8.1 试样中铅含量 X 以质量百分数表示,若直接从标准曲线中查出试液中铅的浓度,按式(1)计算。

$$X = \frac{\rho_t - \rho_b}{200m} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： X ——铅的质量百分含量，%；

ρ_t ——从标准曲线中查得试液的铅的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

ρ_b ——从标准曲线中查得空白溶液的铅的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——试样的质量，g；

f ——试液的稀释系数，若按 7.3 稀释，则 $f = \frac{100}{V}$ ；

V ——吸取试液(7.1.2)体积，mL。

8.2 试样的铅含量，以质量百分数表示，也可按式(2)计算：

$$X = \frac{\rho_t - \rho_b}{200m} \times f \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： X ——铅的质量百分含量，%；

ρ_t ——试液中铅浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$$\rho_t = \frac{A_t \times \rho_n}{A_n}$$

ρ_b ——空白溶液的铅浓度, $\mu\text{g/mL}$;

$$\rho_b = \frac{A_b \times \rho_n}{A_n}$$

A_t ——试液的吸光度;

A_b ——空白溶液的吸光度;

A_n ——铅的浓度接近于标准溶液的吸光度;

ρ_n ——铅的吸光度接近于试液标准对照溶液的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试样的质量, g;

f ——试液的稀释系数, $f = \frac{100}{V}$;

V ——吸取试液(7.1.2)体积。

8.3 试验结果为二次测定的平均值。铅含量以质量百分数表示时准确到两位小数,以 mg/kg 表示时,准确到整数。

8.4 同一实验室平行测定两次结果之相对偏差不大于 10%。

9 试验报告

试验报告应该包括以下内容:

- a) 本国标准编号;
- b) 取样方法;
- c) 仪器的类型(火焰、石墨炉分光光度计);
- d) 试验结果;
- e) 在试验中出现的任何异常情况;
- f) 试验人, 试验日期。

附录 A
(标准的附录)
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铅含量。

可按下述步骤做标准加入法。从准备的试液(7.1)中,取相同体积四份。其中三份加入已知的但不同体积的铅标准溶液(4.7.2)。分别在容量瓶中用盐酸溶液(4.4)稀释至相同体积。分别测定四份溶液的吸光度。将溶液的浓度作为 X 轴($\mu\text{g}/\text{mL}$),吸光度作为 Y 轴,延长直线到与 X 轴相交(吸光度为 0 时),在与 X 轴相交点处读出试液的铅的浓度,计算试液中的铅含量。

标准加入法图例见图 A1。

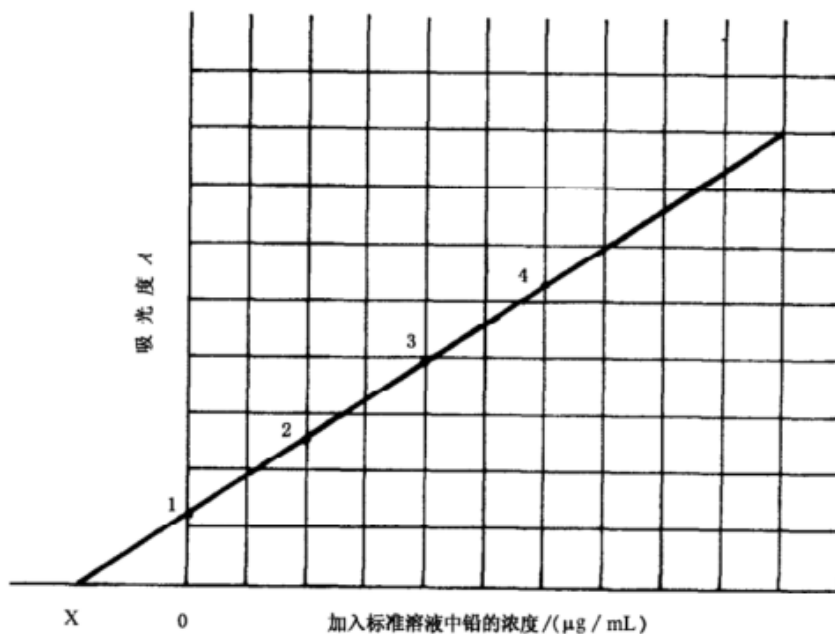


图 A1 标准加入法图例

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶中铅含量的测定
原子吸收光谱法
GB/T 9874—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 11 千字

2002年2月第一版 2002年2月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-18058 定价 8.00 元

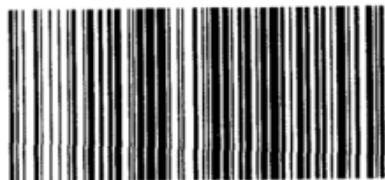
网址 www.bzcbs.com

*

科 目 594—528

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 9874—2001