



中华人民共和国国家标准

GB/T 36764—2018

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 测定重金属含量

Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated—
Determination of heavy metal content by inductively coupled
plasma atomic emission spectrometric method

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

本标准负责起草单位：双钱轮胎集团有限公司、中昊黑元化工研究设计院有限公司、安徽佳通乘用车子午线轮胎有限公司、福建省沙县金沙白炭黑制造有限公司、江西黑猫炭黑股份有限公司、福建正盛无机材料股份有限公司、德国斯派克分析仪器公司上海应用实验室。

本标准主要起草人：董文武、蒋琦、邓毅、李莉、范希周、吕俊英、谢志雄、李相美、黄中瑛。

橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 测定重金属含量

警示——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

本标准规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定沉淀水合二氧化硅(白炭黑)中重金属总铅(Pb)、总镉(Cd)、总铜(Cu)、总锰(Mn)、总铁(Fe)共5种元素含量的方法。

本标准适用于沉淀水合二氧化硅。

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 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3061 橡胶配合剂 沉淀水合二氧化硅

3 原理

样品经混合酸溶解后,将溶液定容,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定重金属铅(Pb)、镉(Cd)、铜(Cu)、锰(Mn)、铁(Fe)等的浓度,计算出样品中重金属的含量。

4 试剂和材料

除非另有规定,在分析中仅使用分析纯的试剂。

4.1 水,GB/T 6682,二级。

4.2 硝酸,质量分数为65%。

4.3 氢氟酸,优级纯。

4.4 硫酸,1:1(体积比)。

4.5 标准储备溶液。

铅(Pb)、镉(Cd)、铜(Cu)、锰(Mn)、铁(Fe)重金属标准储备溶液可使用国家标准物质或国家标准样品,浓度为100 mg/L。

4.6 标准工作溶液。

按照各元素含量范围配制需要的混合标准工作溶液。此溶液有效期为1周,若出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新配制。

5 仪器设备

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES)。

具有石英炬管和高频发生器能形成等离子体的电感耦合等离子体发射光谱仪均可使用,被测元素的波长应落在仪器的工作波长范围内。

5.2 聚四氟乙烯烧杯。

5.3 分析天平,分度值为 0.1 mg。

6 采样

样品的采取根据 HG/T 3061 中的规定进行。

7 分析步骤

7.1 试样的制备

称取 1 g 样品(精确至 0.000 1 g)于聚四氟乙烯烧杯中,用水稍微湿润一下,加入 8 mL 氢氟酸,2 mL 硝酸,轻轻晃动以加速溶解,溶解完全后转移至 50 mL 塑料容量瓶内,定容。

同时做空白试验。

注:建议采用耐氢氟酸进样系统,否则对石英进样系统有腐蚀。

7.2 标准溶液及试样的测定

7.2.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作参考条件:

冷却气体流量:12.00 L/min。

辅助气体流量:1.00 L/min。

雾化气流量:0.75 L/min。

等离子体功率:1 420 W。

参考分析波长见表 1。

表 1 参考分析波长

元素	Cu	Pb	Mn	Cd	Fe
波长/nm	324.754	220.353	257.611	214.438	238.204

7.2.2 测定步骤

7.2.2.1 标准溶液的测定

根据样品重金属含量预测值取适量混合标准工作溶液(4.6)配制 5 个不同浓度标准溶液,在仪器的基线相对平稳的状态下分别测试标准溶液,连续重复测定三次,测得相应的峰面积,建立标准工作曲线,线性相关系数不低于 0.996。

7.2.2.2 空白试验溶液的测定

按 7.2.2.1 的步骤测定空白试验溶液(7.1)的峰面积,在标准工作曲线上查得空白溶液重金属浓

度 C_0 。

7.2.2.3 试样溶液的测定

测试试样溶液,连续重复测定三次,测得相应的峰面积,在标准曲线上查得试样重金属浓度 c 。如试样溶液浓度超出工作曲线范围,则调整样品的稀释倍数使信号数值在标准曲线范围内。

8 结果计算

样品中重金属 i 的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{c - c_0}{m} \times V \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_i ——样品中重金属 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——由标准工作曲线所得的试样溶液中重金属浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——由标准工作曲线所得的空白溶液中重金属浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试液的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值作为样品试验结果,计算结果按 GB/T 8170 进行数值修约,保留至小数点后 1 位。

9 回收率的测定

向待测液中加入与样品中重金属含量相当的或适量的标准溶液,然后按上述 7.1~7.2 试验步骤进行测定,各重金属元素含量的回收率范围见表 2。

表 2 被测金属元素回收率范围

被测金属元素含量/(mg/kg)	回收率范围/%
>100	90~110
10~100	85~110
1~10	80~120
<1	60~120

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于其平均值的 10.0%。

11 检出限

仪器检出限见表 3。

表 3 仪器检出限

元素	Pb	Fe	Cd	Cu	Mn
检出限/(mg/L)	0.010	0.000 7	0.000 2	0.001 8	0.000 1

注：根据样品中元素的实际含量，可适当增大或者减小称样量，以及定容体积，以保证测试结果可靠性。

12 试验报告

试验报告应包含下列内容：

- a) 试样名称及标识；
 - b) 本试验依据的标准；
 - c) 本试验所使用的测试仪器；
 - d) 试验结果(均值或中位数、测试次数)；
 - e) 与基本分析步骤的差异；
 - f) 试验中出现的异常现象；
 - g) 试验日期；
 - h) 试验者。
-