



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3520—2013

橡胶及其制品中汞含量的测定 原子荧光光谱法

Determination of mercury in rubber and rubber products—
Atomic fluorescence spectrometric method

2013-03-01 发布

2013-09-16 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国惠州出入境检验检疫局、广州橡胶工业制品研究所。

本标准主要起草人：刘崇华、沈晓銮、周小丽、赵泉、赵艳芬、黄理纳、钟志光。

橡胶及其制品中汞含量的测定 原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了原子荧光光谱法测定天然胶乳、生胶、混炼胶及硫化橡胶及其制品中汞含量的方法。

本标准适用于天然胶乳、生胶、混炼胶及硫化橡胶及其制品中汞含量的测定方法,测定范围为 0.1 mg/kg~1 000 mg/kg。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及制样方法

3 方法提要

试料加入硝酸、过氧化氢混合试剂经微波消解,消解后的溶液用盐酸稀释后,再加入硼氢化钾使其还原成原子态汞,汞由载气带入原子化器直接用原子荧光光谱仪检测。根据外标法工作曲线确定汞元素的含量。

4 试剂

除另有规定,仅使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水。

4.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.2 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

4.3 硝酸溶液(1+9)。

4.4 盐酸溶液(1+19)。

4.5 汞标准溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):按 GB/T 602 配制或直接购买有证标准物质。

4.6 汞标准储备液(10 $\mu\text{g/mL}$):吸取 1.0 mL 汞标准溶液(4.5)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(4.3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有汞 10 μg 。

4.7 汞标准储备液(0.1 $\mu\text{g/mL}$):吸取 1.0 mL 汞标准溶液(4.6)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(4.3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有汞 0.1 μg 。

4.8 汞系列标准工作溶液:分别吸取汞标准储备溶液(4.7)0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL、10.0 mL,用盐酸(4.4)定容至 100 mL,混匀。制成浓度为 0 $\mu\text{g/L}$ 、2 $\mu\text{g/L}$ 、4 $\mu\text{g/L}$ 、8 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 的汞系列标

准工作溶液。汞系列标准工作溶液现配现用。可根据需要调整。

4.9 硼氢化钾溶液(0.5 g/L):称取 2 g 氢氧化钠,加水约 600 mL 溶解后,加入 0.5 g 硼氢化钾溶解后,加水至 1 000 mL。现配现用。

5 仪器和设备

5.1 氢化物发生无色散原子荧光光谱仪:配置蠕动泵或注射泵进样装置。仪器的工作条件参见附录 A。

5.2 高压密闭微波消解仪,配聚四氟乙烯或其他合适的压力罐(最大工作压力不小于 7 MPa)。仪器的工作条件参见附录 B。

5.3 冷冻粉碎机。

5.4 抽滤过滤器,配过滤膜(孔径 0.45 μm)。

5.5 分析天平,感量为 0.1 mg。

6 试样的制备

应从实验样品的不同部位取样,以确保其代表性。

对乳胶等液体及粉末样品,搅匀后直接称取;对厚度大于 2 mm 的软橡胶制品,参考 GB/T 15340 方法制样;对厚度大于 2 mm 的硬橡胶制品应用剪刀将样品预先剪至所有边长尺寸不超过 2.0 cm 的均质样块,用液氮冷却,再用冷冻粉碎机(5.3)将样品研磨成粒径不超过 2 mm 的颗粒样;对厚度小于 2 mm 的橡胶样品,用剪刀将样品剪至尺寸小于 2.0 mm \times 2.0 mm 小碎片。

7 分析步骤

7.1 试料

称取试样约 0.2 g,精确至 0.1 mg。每个试样进行两次独立的平行测定,同时做空白实验。

7.2 试料消解

将试料置于微波消解罐中,分别加入 5 mL 硝酸(4.1)、2 mL 过氧化氢(4.2)。将消解罐封闭,参照附录 A 给出的微波消解程序进行消解。

消解罐冷却至室温后,打开消解罐,将消解溶液转移至 50 mL 的容量瓶中,用少量硝酸(4.3)洗涤内罐和内盖 3 次,将洗涤液并入容量瓶,用水稀释至刻度。如果溶液不清亮或有沉淀产生,用 0.45 μm 的过滤膜(5.4)抽滤,残留的固态物质用 15 mL 硝酸(4.3)分 3 次冲洗,所得到的溶液全部合并转移至 50 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度。

7.3 试液制备

吸取 5.00 mL 消解后滤液,用盐酸(4.4)定容至 10.00 mL,摇匀后尽快用仪器测定。

7.4 测定

7.4.1 绘制校准曲线

以硼氢化钾溶液(4.9)作为还原剂,同时以盐酸(4.4)作为载液,在确定的仪器工作条件下,按浓度由低至高依次测定标准系列溶液(4.8)的荧光强度,以浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标绘制校准曲线,

校准曲线的线性相关系数 γ 应 ≥ 0.999 。

7.4.2 样品溶液的测定

在与 7.4.1 相同条件下测量按 7.3 制备好的试剂空白溶液和样品溶液。根据工作曲线和样品溶液的荧光强度值,仪器给出样品溶液中汞元素的浓度值。

如果样品溶液中汞的浓度超出校准曲线的线性范围,则应该对样品溶液用盐酸(4.4)进行适当稀释(稀释倍数为 f)至校准曲线范围水平后再测定。

8 结果计算

样品中汞的含量以汞元素的质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{2(c_1 - c_0) \times V \times f}{1\,000m}$$

.....(1)

式中:

- c_1 ——样品溶液中汞的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
 - c_0 ——试剂空白溶液中汞的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
 - f ——样品溶液稀释倍数(参见 7.4.2);
 - V ——样品消解溶液定容体积,单位为毫升(mL);
 - m ——试料的质量,单位为克(g)。
- 结果保留 3 位有效数字

9 精密度数据

由 10 家实验室对 2 个水平的试样进行测定,按 GB/T 6379.2 计算精密度,结果见表 1。

表 1 方法的精密度

单位为毫克每千克

元素	含量水平	r	R
Hg	3.02	0.253	0.378
	18.9	1.34	2.31

附 录 A
(资料性附录)
原子荧光光谱仪工作条件

表 A.1 为 AFS 9800 原子荧光光谱仪测量汞的工作条件,表 A.2 为测量参考条件,其他型号仪器可参照使用。

表 A.1 原子荧光光谱仪参考工作条件

元素	Hg		
光电倍增管负高压/V	260		
灯丝	不点燃		
原子化器高度/mm	10		
总灯电流/mA	15		
辅助灯电流/mA	—		
载气流量/(mL/min)	300		
屏蔽气流量/(mL/min)	800		

表 A.2 测量条件

进样方式	蠕动泵断续流动	进样泵转速 r/min	100
进样时间/s	10	延迟时间/s	2
读数时间/s	20	测量方式	标准曲线
读数方式	峰面积	重复次数	1

附录 B
(资料性附录)

高压密闭微波消解仪工作条件

微波消解仪具有功率程序控制和温度程序控制两种方式,表 B. 1 给出微波消解样品的功率控制程序工作条件,表 B. 2 给出微波消解样品的温度控制程序工作条件。

表 B. 1 微波消解样品的功率控制程序(适用于十个导管的输出功率)

步骤	时间/ min	输出功率/ W
升温 1	5	350
恒温 2	2	300
升温 3	5	600
恒温 4	15	500
降温 5	—	0

表 B. 2 微波消解样品的温度控制程序

步骤	时间/ min	温度/ ℃
升温 1	5	140
恒温 2	2	140
升温 3	5	210
恒温 4	15	210
降温 5	—	—

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
橡胶及其制品中汞含量的测定
原子荧光光谱法

SN/T 3520—2013

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-25665 定价 16.00 元



SN/T 3520—2013