



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4843—2017

橡胶制品中铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡 和铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of chromium, cobalt, arsenic, bromine, molybdenum, cadmium, tin
and lead in rubber products—Inductively coupled plasma mass spectrometry

2017-07-21 发布

2018-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

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提出并归口。
本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。
本标准主要起草人：赵泉、萧达辉、岳大磊、徐晓霞、黄金宇、唐志锟、刘莹峰、周明辉、肖前、郑建国。

橡胶制品中铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡
和铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)测定橡胶制品中铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡和铅的方法。

本标准适用于橡胶制品中铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡和铅的测定,各元素的检出限见表1所示。

表1 本标准各元素的检出限

元素	Cr	Co	As	Br	Mo	Cd	Sn	Pb
检出限/(mg/kg)	5	0.02	0.2	10	0.02	0.1	0.1	0.05

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

橡胶制品,经硝酸消化前处理后,采用 ICP-MS 法测定橡胶制品中铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡和铅。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外仅使用认可的优级纯试剂,实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

- 4.1 硝酸,ρ=1.19 g/mL。
- 4.2 硝酸溶液,1+19。
- 4.3 过氧化氢,ρ=1.10 g/mL。
- 4.4 铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡、铅的标准储备液:1 000 μg/mL。
- 4.5 内标:⁴⁵Sc、⁷²Ge、⁸⁹Y、¹¹⁵In、²⁰⁹Bi 标准溶液,1 μg/mL。
- 4.6 内标使用液:内标(4.5)稀释 100 倍得到 10 μg/L。
- 4.7 高纯氩气,纯度大于 99.999%。

5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪:仪器参数及使用条件参见附录 A。
- 5.2 微波消解仪:仪器参数及使用条件参见附录 B。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

6 样品制备

将橡胶制品剪碎至 2 mm 以下,剪碎后的样品放入袋中备用。

7 分析步骤

7.1 样品处理

称取破碎后样品 100 mg,准确至 0.1 mg,置于微波消解罐中,加入 3 mL 水、7 mL 硝酸(4.1)和 2 mL 过氧化氢(4.3),静止一段时间,待初步反应完成后,放入微波消解仪中参照附录 B 的条件消解,取下消解罐,冷却,移置容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀备用。每个样品做两次平行测定,同时做试剂空白试验。

7.2 校准曲线

按照 GB/T 602 要求制备,准确吸取铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡、铅的标准工作溶液(4.4),用硝酸溶液(4.2)逐级稀释配置浓度为 0 μg/L、1.0 μg/L、3.0 μg/L、10 μg/L、30 μg/L、100 μg/L 的铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡和铅混合标准系列溶液。

7.3 测定

打开 ICP-MS 仪器,参照附录 A 进行仪器条件参数的优化,待仪器稳定后,进行调谐,调谐完成后选取 ⁴⁵Sc 作为 ⁵³Cr、⁵⁹Co, ⁷²Ge 作为 ⁷⁵As、⁷⁹Br, ⁸⁹Y 作为 ⁹⁵Mo, ¹¹⁵In 作为 ¹¹⁸Sn, ¹¹¹Cd, ²⁰⁹Bi 作为 ²⁰⁸Pb 的同位素的内标元素,开始测定。若测定结果超出校准曲线范围,应将试液稀释。

7.4 结果计算

橡胶制品中铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡、铅的含量,按式(1)计算。

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

.....(1)

式中:

- X ——橡胶制品中铬、钴、砷、溴、钼、镉、锡、铅的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c₁ ——分析试样的测试溶液中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);
- c₀ ——试剂空白中被测元素浓度值,单位为微克每升(μg/L);
- V ——测定时的试液体积,单位为毫升(mL);
- f ——试样溶液(试液)稀释倍数;
- m ——试样的称样质量,单位为克(g)。

测定元素含量小于 1 mg/kg,保留小数点后 2 位,测定元素含量大于或等于 1 mg/kg,保留 2 位有效数字。

8 精密度

方法精密度试验见表 2。

表 2 方法精密度 单位为毫克每千克

元素	重复性限 r	再现性限 R
Cr	$\lg S_r = 0.84 \lg m - 0.97$	$\lg S_R = 0.84 \lg m - 0.98$
Co	$\lg S_r = 0.59 \lg m - 0.61$	$\lg S_R = 0.58 \lg m - 0.47$
As	$\lg S_r = 0.70 \lg m - 0.68$	$\lg S_R = 0.67 \lg m - 0.46$
Br	$\lg S_r = 0.44 \lg m - 0.07$	$\lg S_R = 0.40 \lg m + 0.04$
Mo	$\lg S_r = 0.74 \lg m - 0.68$	$S_R = 0.043 m + 4.00$
Cd	$S_r = 0.068 \lg m - 1.72$	$S_R = 0.068 m - 0.68$
Sn	$\lg S_r = 0.78 \lg m - 0.87$	$\lg S_R = 0.77 \lg m - 0.83$
Pb	$\lg S_r = 0.67 \lg m - 0.78$	$\lg S_R = 0.59 \lg m - 0.50$

附 录 A
(资料性附录)
ICP-MS 仪器参考工作条件

ICP-MS 仪器参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 ICP-MS 仪器参考工作条件

仪器参数	参数值	仪器参数	参数值
射频功率	1 300 W	雾化器	同心圆
采样深度	8.0 mm	采样锥类型和直径	镍锥,0.8 mm
冷却气流量	15 L/min	截取锥类型和直径	镍锥,0.4 mm
辅助气流量	0.4 L/min	采集模式	全定量
载气流量	0.8 L/min	点数/质量	3
S/C 温度	2 ℃	重复次数	3
溶液提升速度	0.10 r/s	检测方式	自动

附 录 B
(资料性附录)
高压密闭微波消解仪工作条件

微波消解样品的参考温度控制程序见表 B.1。

表 B.1 微波消解样品的温度控制程序

步骤	时间/min	温度/℃
升温 1	15	210
恒温 2	45	210
降温 3	—	室温