



中华人民共和国国家标准

GB/T 29612—2013

GB/T 29612—2013

炭黑中镉、铅、汞含量的测定

Determination of cadmium, lead, mercury content for carbon black

中华人民共和国
国家标准
炭黑中镉、铅、汞含量的测定
GB/T 29612—2013

*

中国标准出版社出版发行
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)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

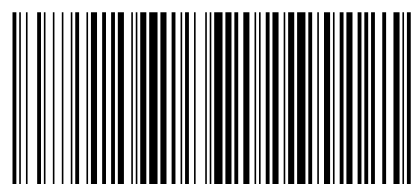
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013年8月第一版 2013年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47403 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 29612-2013

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

附录 A
(资料性附录)
炭黑中铜、锑、砷、钡、铬、硒含量的测试

A.1 范围

本附录规定了用等离子发射光谱仪法(B法)、X荧光光谱仪法(C法)测定炭黑中铜(Cu)、锑(Sb)、砷(As)、钡(Ba)、铬(Cr)、硒(Se)含量的试验方法。

本附录适用于炭黑。

A.2 等离子发射光谱仪法(B法)**A.2.1 方法概要**

见 6.1。

A.2.2 样品制备

见 6.2。

A.2.3 实验步骤

用等离子发射光谱仪(4.3)测试炭黑中铜(Cu)、锑(Sb)、砷(As)、钡(Ba)、铬(Cr)、硒(Se)的含量。由于仪器类型的不同,在这里不能详细叙述。试验按照仪器说明书进行操作。

A.3 X荧光光谱仪法(C法)**A.3.1 方法概要**

见 7.1。

A.3.2 实验步骤

用 X 荧光光谱仪(4.4)测试炭黑中铜(Cu)、锑(Sb)、砷(As)、钡(Ba)、铬(Cr)、硒(Se)的含量。由于仪器类型的不同,在这里不能详细叙述。试验按照仪器说明书进行操作。

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炭黑分技术委员会(SAC/TC 35/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:中橡集团炭黑工业研究设计院、宁波德泰化学有限公司、曲靖众一精细化工股份有限公司。

本标准主要起草人:聂素青、邓毅、马伟伟、蒋良强。

坩埚置于沙盘上,缓慢加热,直至灰烬溶解,并转移到一个 100 cm³ 的容量瓶中,每次用 1 cm³ 的水冲洗坩埚,共计 2 次。将洗涤液移入容量瓶内,加水至刻度。

5.3.3.2 试样溶液镉吸光度的测定

5.3.3.2.1 按照仪器使用说明书,将试样溶液和空白溶液吸入原子吸收光谱仪的火焰中,并测定在 228.8 nm 处的吸光度。

5.3.3.2.2 如果试样溶液的吸光度比镉含量最高的标准校准溶液的吸光度还大,则应将试样溶液用水进一步稀释,使稀释后试样溶液吸光度处于校准溶液吸光度范围内,重复测定,并在结果计算中乘以稀释倍数。

5.3.3.2.3 查校准曲线,确定对应于试样溶液和空白试验溶液吸光度的镉含量。

5.3.3.3 试样溶液铅吸光度的测定

5.3.3.3.1 按照仪器使用说明书,将试样溶液和空白溶液吸入原子吸收光谱仪的火焰中,并测定在 283.3 nm 处的吸光度。

5.3.3.3.2 如果试样溶液的吸光度比铅含量最高的标准校准溶液的吸光度还大,则应将试样溶液用水进一步稀释,使稀释后试样溶液吸光度处于校准溶液吸光度范围内,重复测定,并在结果计算中乘以稀释倍数。

5.3.3.3.3 查校准曲线,确定对应于试样溶液和空白试验溶液吸光度的铅含量。

5.3.3.4 试样溶液汞吸光度的测定

5.3.3.4.1 按照仪器使用说明书,将试样溶液和空白溶液吸入原子吸收光谱仪的火焰中,并测定在 253.7 nm 处的吸光度。

5.3.3.4.2 如果试样溶液的吸光度比汞含量最高的标准校准溶液的吸光度还大,则应将试样溶液用水进一步稀释,使稀释后试样溶液吸光度处于校准溶液吸光度范围内,重复测定,并在结果计算中乘以稀释倍数。

5.3.3.4.3 查校准曲线,确定对应于试样溶液和空白试验溶液吸光度的汞含量。

5.4 结果表示

5.4.1 试样(镉 Cd、或铅 Pb、或汞 Hg)含量按式(1)计算,以 mg/kg 计:

$$\omega(\text{Cd、Pb、Hg}) = \frac{V \times (\rho_1 - \rho_2)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω —— 试样(镉 Cd 或铅 Pb 或汞 Hg)的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

V —— 试样溶液的体积,单位为立方厘米(cm³);

ρ_1 —— 试样溶液中镉、铅、汞含量的数值,单位为微克每立方厘米($\mu\text{g}/\text{cm}^3$);

ρ_2 —— 空白试验溶液中镉(Cd)或铅(Pb)或汞(Hg)含量的数值,单位为微克每立方厘米($\mu\text{g}/\text{cm}^3$);

m —— 试样的质量,单位为克(g)。

如果试样溶液需稀释,则式(1)的右边要乘以稀释倍数。

结果精确到 0.1 mg/kg。

炭黑中镉、铅、汞含量的测定

警告: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

本标准规定了用原子吸收分光光度计法(A法)、等离子发射光谱仪法(B法)(仲裁法)、X 荧光光谱仪法(C法),测定炭黑中镉(Cd)、铅(Pb)、汞(Hg)含量的试验方法。

本标准适用于炭黑。

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 3778 橡胶用炭黑

GB/T 3780.8 炭黑 第 8 部分:加热减量的测定

GB/T 3780.10 炭黑 第 10 部分:灰分的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6819 溶解乙炔

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 采样

炭黑按 GB 3778 的规定进行采样。

4 仪器

常规实验室设备及以下设备。

4.1 铂坩埚,容积约 35 cm³。

4.2 原子吸收分光光度计,装有空气/乙炔气燃烧器及镉、铅、汞空心阴极灯。

4.3 等离子发射光谱仪。

4.4 X 荧光光谱仪。

4.5 分析天平,精度为 0.1 mg。

4.6 烧杯,容积为 100 cm³。

4.7 容量瓶,容积为 100 cm³、500 cm³、1 000 cm³。

4.8 单标线移液管,容量 1 cm³、5 cm³、10 cm³、20 cm³,应符合 GB/T 12808 中 A 级规定。

5 原子吸收分光光度计法(A法)

5.1 试验方法

将样品灰化后,用盐酸溶液溶解残余物,稀释,并吸入原子吸收分光光度计的火焰中,分别在