

# SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2267—2009

---

## 橡胶及其制品中镉含量的测定 原子吸收光谱法

Determination of cadmium in rubber and rubber products—  
Atomic absorption spectrometry

2009-02-20 发布

2009-09-01 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

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 均为资料性附录。

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、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘崇华、钟志光、周小丽、沈晓銮、陈向阳、邵蓉慧、陈佩玲、王晶。

本标准是首次发布的出入境检验检疫行业标准。

# 橡胶及其制品中镉含量的测定

## 原子吸收光谱法

**警告**——使用本标准的人员应具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规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了火焰原子吸收光谱法测定生胶、混炼胶及硫化橡胶及其制品中镉含量的方法。

本标准适用于生胶、混炼胶及硫化橡胶及其制品中镉含量的测定,测定范围为 8 mg/kg ~ 3 000 mg/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 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

试料加入浓硝酸、过氧化氢混合溶剂经微波消解或者依次加入浓硫酸、过氧化氢经电热板加热湿法消解,消解后的溶液用火焰原子吸收光谱仪在 228.8 nm 分析波长下测定,根据外标法工作曲线确定镉元素的含量。

### 4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂,实验用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水的要求。

4.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

4.2 硝酸(1+9)。

4.3 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。

4.4 过氧化氢( $\rho=1.10$  g/mL)。

4.5 镉标准溶液(1 000 mg/L):按 GB/T 602 配制或直接购买有证标准物质。

4.6 镉标准储备液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):吸取 10.0 mL 镉标准溶液(4.5)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(4.2)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有镉 100  $\mu\text{g}$ 。

4.7 镉系列标准工作溶液:分别吸取 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL 镉标准储备液(4.6)于一组 100 mL 容量瓶中,后用硝酸(4.2)稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液镉的浓度分别为:0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。镉系列标准工作溶液在常温 15  $^{\circ}\text{C}$  ~ 25  $^{\circ}\text{C}$  下保存,有效期为一个月。

## 5 仪器设备

### 5.1 带背景校正装置的火焰原子吸收光谱仪。

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 破碎机。

### 5.4 抽滤过滤器,配过滤膜(孔径 0.45 $\mu\text{m}$ )。

## 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。

对厚度大于 2 mm 的软橡胶制品,按照 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,再用破碎机(5.3)将样品研磨成粒径不超 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;对乳胶等液体及粉末样品,搅匀后直接称取。

## 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

本标准提供了以下两种样品消解方法,实验室可根据条件选用其中任何一种。

#### a) 电热板加热湿法消解

试料称至 150 mL 高脚烧杯中,缓慢加入 5 mL 浓硫酸(4.3),盖上表面皿,置于电热板上加热使有机物碳化,至白烟冒出后继续加热 15 min,此时试料为粘稠的黑色液体。取下高脚烧杯,冷却 10 min 后,逐滴缓慢加入 2 mL 过氧化氢(4.4)。每次加入后要待反应平息后再加下一次。继续加热,如样品溶解不完全,取下稍冷,再加入 0.5 mL~1 mL 浓硫酸(4.3)和数滴过氧化氢(4.4)一至两次,必要时也可加入适量浓硝酸(4.1)继续加热使样品消化完全,至残余溶液约 1 mL 左右,取下冷却到室温,加入少量蒸馏水小心稀释,溶液转移到 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。溶液尽快用仪器分析。如溶液中仍含不溶物影响测定可用干质滤纸过滤除去。

#### b) 微波消解

将试料置于微波消解罐中,分别加入 5 mL 浓硝酸(4.1)、2 mL 过氧化氢(4.4)。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(4.2)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  $\mu\text{m}$  的过滤膜(5.4)抽滤,残留的固态物质用 15 mL 硝酸(4.2)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。滤液尽快用仪器分析。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 绘制校准曲线

在确定的仪器工作条件下,按浓度由低至高依次测定系列标准工作溶液,绘制校准曲线,校准曲线的线性相关系数  $r \geq 0.999$ 。

#### 7.3.2 样品溶液的测定

在与 7.3.1 相同条件下测量试剂空白溶液和样品溶液。根据工作曲线和消解溶液的谱线强度值,仪器给出消解溶液中镉元素的浓度值。

如果消解溶液中镉的浓度超出校准曲线的线性范围,则应该对消解溶液用硝酸溶液(4.2)进行适当稀释至校准曲线范围水平后再测定。

## 8 结果计算

样品中镉的含量以镉元素的质量分数  $w$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(C_1 - C_0) \times V \times F}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$C_1$ ——样品消解溶液中镉的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$C_0$ ——试剂空白溶液中镉的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$F$ ——消解溶液稀释倍数;

$V$ ——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)。

结果取两次平行测定结果的平均值,并保留 3 位有效数字。

## 9 精密度数据

精密度数据参见附录 C。

## 附 录 A

(资料性附录)

## 火焰原子吸收光谱仪工作条件

火焰原子吸收光谱仪参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 火焰原子吸收光谱仪参考工作条件

项 目	工 作 条 件		
	Varian 220 FS	ZEE nit700	SOLAAR M
测定波长/nm	228.8	228.8	228.8
通带宽度/nm	0.5	0.5	0.5
灯电流/mA	4.0	3.0	6.0
火焰类型	空气/乙炔	空气/乙炔	空气/乙炔
空气流量/(L/min)	13.50	7.36	—
乙炔流量/(L/min)	2.00	0.67	0.9
背景校正	氘灯	氘灯	氘灯

注：其他类型仪器实验室可根据仪器操作说明自行进行优化选择合适的工作条件。

## 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	—	—

附 录 C  
(资料性附录)

## 从实验室间试验结果得到的精密度数据

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

表 C.1 方法的精密度

单位为毫克每千克

元 素	含量水平	$r$	$R$
Cd	33.73	1.77	7.80



中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
橡胶及其制品中镉含量的测定  
原子吸收光谱法  
SN/T 2267—2009

\*

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

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
电话:68523946 68517548

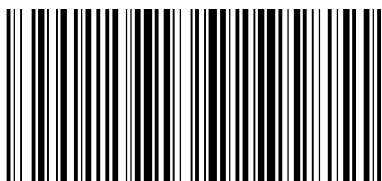
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字  
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷  
印数 1—2 000

\*

书号: 155066·2-19741 定价 16.00 元



SN/T 2267—2009