



中华人民共和国国家标准

GB/T 41945—2022

生胶和硫化胶 用电感耦合等离子体发射 光谱仪(ICP-OES)测定金属含量

Rubber, raw, vulcanized—Determination of metal content by ICP-OES

(ISO 19050:2021, MOD)

2022-12-30 发布

2023-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件修改采用 ISO 19050:2021《生胶和硫化胶 用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)测定金属含量》。

本文件与 ISO 19050:2021 相比做了下述结构调整：

- 第 5 章中增加了 5.8~5.11；
- 第 6 章中 6.1 a)~6.1 d)对应 ISO 19050:2021 中的 6.1.1~6.1.4；
- 增加了 8.3.4.12,8.3.4.13,8.3.4.14 对应 ISO 19050:2021 中的 8.3.4.12,8.3.4.13；
- 本文件的附录 A 对应 ISO 19050:2021 的附录 B,附录 B 对应 ISO 19050:2021 的附录 A。

本文件与 ISO 19050:2021 的技术差异及其原因如下：

- 为规范使用,范围中增加了“本文件适用于生胶、硫化胶中主要金属元素和痕量金属含量的定量分析。”(见第 1 章)；
- 将“浓硝酸、浓盐酸、浓硫酸,等级为超级纯”更改为“浓硝酸、浓盐酸、浓硫酸,等级为优级纯”,使之更符合国内试剂使用情况(见 5.1、5.2 和 5.3)；
- 增加了稀盐酸和稀硝酸的浓度,使试剂的准备过程更加明确(见 5.8~5.11)；
- 将“多元素一级标准溶液、单元素一级标准溶液,溯源单位为国家标准与技术研究院或任何一个国家计量机构”改为“多元素标准溶液、单元素标准溶液:有证标准物质”,使之更符合国内试剂使用情况(见 5.4、5.5)；
- 将“滤纸,型号为 Whatman NO.44”更改为“定量滤纸”,使之更符合国内滤纸使用情况(见 6.11)；
- 增加了“加热除酸”步骤,使之也可利用加热除酸浓缩样品(见 8.3.4.12)；
- 为便于使用,删除了“试验报告”中关于“试验步骤”和“使用的试样类型”的要求(见第 10 章)。

本文件做了下列编辑性改动：

- 删除了 6.11 的脚注；
- 增加了注“根据样品类型及金属元素的含量,调整样品的称量质量及试剂的加入体积”,使之可根据样品基质的不同,调整条件达到分解的目的(见 8.3.2)；
- 增加了注“根据设备的不同及样品的测试范围,调整标准溶液的浓度范围”,使之可根据样品基质的不同,调整校准曲线的范围(见 9.5)；
- 增加了注“根据不同的设备厂家矩管位置及调峰处理,调整操作条件”,使之适用于不同的设备(见 9.6.2)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会通用试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本文件起草单位:赛轮集团股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、中石化巴陵石油化工有限公司、怡维怡橡胶研究院有限公司、山东玲珑轮胎股份有限公司、广州合成材料研究院有限公司、双钱集团上海轮胎研究所有限公司、杭州朝阳橡胶有限公司、安徽佳通乘用车子午线轮胎有限公司、青岛竣翔科技有限公司、三角轮胎股份有限公司、上海瀚海检测技术股份有限公司、贵州轮胎

股份有限公司、风神轮胎股份有限公司、山东华盛橡胶有限公司、北京市科学技术研究院分析测试研究所(北京市理化分析测试中心)、北京橡胶工业研究设计院有限公司、北京橡院橡胶轮胎检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人:周天明、侯晓倩、姜涛、罗俊杰、龚林林、丁晓红、丁兆娟、袁琛琛、贾爱瑞、魏胜、鄢晶晶、彭军、董文武、陈家辉、戴仲娟、周家亮、李莉、王萌、蒲诚勇、马秀菊、严文利、彭锦、杨转青、尹智、龙洋星、郑宁娟、吕双双、张玉亮、徐凯、邵鹏、吴赞、丁晓英、王娜、苍飞飞、崔春利。

引 言

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)用于测定各种材料中金属元素的含量。与原子吸收光谱(AAS)技术相比,ICP-OES的主要优点是:多元素同时分析、测量的动态范围宽、凝聚相干扰少。此外,除了难以形成化合物的元素,对元素如碘、磷、硫等,检测灵敏度较高。ICP-OES也称为电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)。

ICP-OES最早应用于微量元素分析,是其他常见原子光谱分析技术中干扰最小的一种分析手段。等离子体的高温环境在很大程度上消除了化学干扰。利用ICP多元素同时分析的优势,降低了物理干扰。

ICP-OES是根据元素的原子和离子被激发后发射出的光谱来分析样品。由于不同的元素可以发出不同波长的光,因此等离子体发射的光谱是复合的。利用分光仪器将发射的光分解为按波长排列的光谱,这样就可以不受其他元素光谱的影响,对每种元素的光强度进行分析。

ICP不同于其他光源的一个重要特征是,样品以气溶胶的形式进入等离子体中心通道,被高温等离子体包围,试样在ICP光源中停留时间约为2 ms。这一特征使其在很大程度上降低了基体效应干扰。

本文件所描述的测定方法在产品安全和环境保护方面有着重要意义。ICP-OES是一种能够精确检测包括胶乳在内的生胶和硫化胶中微量金属元素的先进仪器。

生胶和硫化胶 用电感耦合等离子体发射 光谱仪(ICP-OES)测定金属含量

警告 1——使用本文件的人员需具有正规实验室工作的实践经验。本文件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。

警告 2——使用本文件规定的程序有可能涉及一些物质的使用或产生,或可能产生一些废物。这有可能导致本地环境危害,需在使用后参照相应的文件进行安全处理和处置。

1 范围

本文件描述了使用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)测定生胶、硫化胶中主要金属元素和痕量金属元素含量的方法。

本文件适用于生胶、硫化胶中主要金属元素和痕量金属含量的定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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。

ISO 123 胶乳 取样(Rubber latex—Sampling)

注: GB/T 8290—2021 胶乳 取样(ISO 123:2001,MOD)

ISO 124 胶乳 总固体含量的测定(Latex,rubber—Determination of total solids content)

注: GB/T 8298—2017 胶乳 总固体含量的测定(ISO 124:2014,MOD)

ISO 1795 天然、合成生胶 取样及其制样方法(Rubber,raw natural and raw synthetic—Sampling and further preparative procedures)

注: GB/T 15340—2008 天然、合成生胶取样及其制样方法(ISO 1795:2000,IDT)

ISO 18899:2013 橡胶 测试仪器校准指南(Rubber—Guide to the calibration of test equipment)

注: GB/T 25269—2010 橡胶 试验设备校准指南(ISO 18899:2004,IDT)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品溶液经雾化器雾化后形成气溶胶。气溶胶进入电感耦合等离子体高温区域(8 000 ℃~10 000 ℃)。试样中的待测组分被加热(激发)形成不同的状态(原子化或离子化),并发射出所含元素的特征谱线。这些谱线按照不同的波长被分离开,由光谱仪检测光强度。光强度与待测组分的浓度成正比。比较未知样品与标准样品的光强度,通过多点线性校准曲线进行定量分析。ICP-OES 样品激发过程见附录 A。