

# 浸提法/电感耦合等离子体发射光谱 测定炭黑中的铅、镉、汞

杨 柳,刘新群,王 进

(株洲时代新材料科技股份有限公司,湖南 株洲 412007)

**摘要:**建立浸提法/电感耦合等离子体发射光谱测定炭黑中铅、镉和汞的方法。确定了最佳试验条件。分析线:铅 220.353,镉 226.502,汞 194.227;RF发生器功率 1 300 W;雾化气流量  $1.00 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ ;浸提时间 60 min;浸提硝酸溶液浓度  $4.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。铅、镉和汞的检出限分别为 0.108,0.062 和  $0.087 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ,相对标准偏差为 1.7%~4.3%,回收率为 90.0%~105.0%。

**关键词:**浸提法;电感耦合等离子体发射光谱;炭黑;铅;镉;汞

**中图分类号:**TQ330.38+1;TQ330.7+2 **文献标志码:**B **文章编号:**1000-890X(2011)12-0756-03

近几年,欧盟出台了 RoHS 指令和 REACH 法规等一系列环保法令和法规,对我国橡胶制品的出口形成了“绿色壁垒”,使我国橡胶生产行业面临环保方面的巨大压力。在橡胶工业中,炭黑是仅次于橡胶的重要原料,其消耗量约为橡胶用量的 40%。炭黑中的铅、镉、汞含量直接关系到橡胶产品能否通过 RoHS 检测,因此,研究快速测定炭黑中重金属元素的方法具有重要意义。

铅、镉、汞等痕量重金属含量测定主要有化学法和原子吸收分光光度法<sup>[1-2]</sup>。化学法时间长且操作复杂,原子吸收分光光度法只能进行单个元素测定,不能满足快速检测的要求。

本工作采用酸浸提法对样品进行预处理,采用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)测定炭黑中的铅、镉和汞含量。

## 1 实验

### 1.1 主要仪器及测试条件

GENESIS 型 ICP-OES 仪,德国 Spectro 公司产品。工作条件如下:频率 27.12 MHz,功率 1 300 W,等离子体冷却气流量  $12 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ ,辅助气流量  $1 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ ,雾化气流量  $1 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ ,冲洗时间 45 s,读数次数 3。

**作者简介:**杨柳(1981—),女,湖南邵阳人,株洲时代新材料科技股份有限公司工程师,硕士,从事高分子材料的仪器分析工作。

### 1.2 试剂

玻璃仪器均在体积比为 1:1 的硝酸溶液中浸泡 24 h 后使用;配制标准溶液所用试剂均为优级纯,其余试剂为分析纯,实验室用水为二次蒸馏水。

铅标准储备液( $1.000 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ )配制:称取 1.000 0 g 高纯金属铅置于烧杯中,加少量体积比为 1:1 的硝酸溶液溶解,用质量分数为 0.05 的硝酸溶液移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

镉标准储备液( $1.000 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ )配制:称取 1.142 3 g 优级纯氧化镉置于烧杯中,加 20 mL 体积比为 1:1 的硝酸溶液溶解,用质量分数为 0.05 的硝酸溶液移入 1 000 mL 聚乙烯容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

汞标准储备液( $1.000 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ):天津市光复精细化工研究所提供。

工作溶液由标准储备液逐级稀释而成。

### 1.3 试样制备

称取约 1.0 g 炭黑样品置于小烧杯中,加入 25 mL 浓度为  $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的硝酸溶液,浸泡 1 h 后,过滤于 50 mL 的容量瓶中,定容。

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器条件优化

#### 2.1.1 分析元素谱线

通常根据待测元素含量的大小以及样品中存

在的干扰元素,选择发射净强度大、信背比高、共存元素谱线干扰少的谱线为待测元素的分析谱线。本试验考察了铅、镉、汞的多条灵敏线,综合比较后,选择最佳分析线为:铅 220.353,镉 226.502,汞 194.227。

### 2.1.2 RF 发射功率

采用质量浓度为  $1\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  的铅、镉、汞标准溶液,分别考察 RF 发射器功率为 900,1 000,1 100,1 200,1 300 和 1 400 W 时对铅、镉、汞发射强度的影响。试验结果表明,随着功率的增大,3 种元素谱线强度均增加,到 1 300 W 时,强度趋于稳定,综合考虑检出限和功率增大对炬管使用寿命的影响,试验选择 RF 发生器的功率为 1 300 W。

### 2.1.3 雾化气流量

雾化气流量是影响信号强度的重要因素之一。随着雾化气流量的增大,样品的提升量增加,谱线强度也随之增强,但通常较低的雾化气流量使等离子更稳定。采用质量浓度为  $1\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  的铅、镉、汞标准溶液,分别考察了 0.60,0.70,0.80,0.90,1.00,1.10 和  $1.20\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$  的雾化气流量对谱线强度的影响。经综合考虑,选择雾化气流量为  $1.00\text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ 。

## 2.2 浸提条件优化

### 2.2.1 浸提时间

用浓度为  $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  的硝酸溶液对炭黑 N330 分别浸提 15,30,60,120 和 240 min,各元素含量测定结果如图 1 所示。由图 1 可见,随着浸提时间的延长,铅和镉含量的测定值逐渐增大,到 60 min 时,铅含量测定结果达到最大值,镉含量测定结果达到稳定,汞未检出。因此,试验选择浸提时间为 60 min。

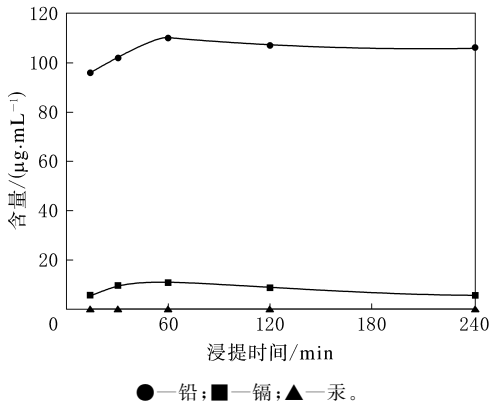
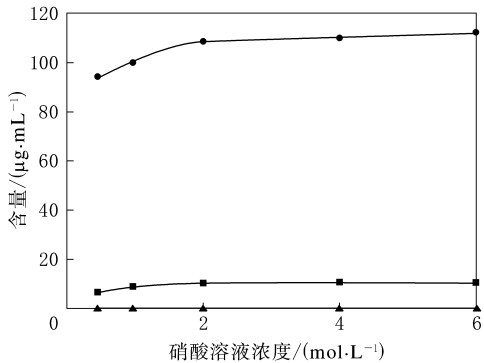


图 1 浸提时间对测定结果的影响

### 2.2.2 硝酸溶液浓度

分别用浓度为 0.5,1.0,2.0,4.0 和  $6.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  的硝酸溶液对炭黑 N330 浸提 60 min,各元素含量测定结果如图 2 所示。由图 2 可见,随着硝酸溶液浓度的增大,铅和镉含量的测定值逐渐增大,硝酸溶液浓度为  $4.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  时达到稳定,汞未检出。因此,试验选择硝酸溶液浓度为  $4.0\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。



注同图 1。

图 2 浸提硝酸溶液浓度对测定结果的影响

## 2.3 方法的检测性能

### 2.3.1 工作曲线与各元素检出限

配制铅质量浓度为 0,0.2,0.8,3.2 和  $6.4\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  的系列标准溶液以及镉和汞质量浓度分别为 0,0.5,1.0,1.5 和  $2.0\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  的系列标准溶液,在工作条件下测量标准曲线。线性回归方程和相关因数见表 1。由表 1 可见,3 种元素线性回归方程线性关系良好。

表 1 元素的工作曲线和相关因数

| 元素 | 线性回归方程                 | 线性范围/<br>( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ) | 相关<br>因数 | 检出限/<br>( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ) |
|----|------------------------|-----------------------------------------------|----------|----------------------------------------------|
| 铅  | $I=169\ 059C+5\ 851.0$ | 0~6.4                                         | 0.999 9  | 0.108                                        |
| 镉  | $I=226\ 511C-1\ 937.0$ | 0~2.0                                         | 0.999 9  | 0.062                                        |
| 汞  | $I=205\ 330C+5\ 510.2$ | 0~2.0                                         | 0.998 5  | 0.087                                        |

### 2.3.2 方法的精密度及回收率

对 5 种炭黑样品进行加标回收试验,测定结果见表 2。由表 2 可见,各样品中铅、镉、汞测定的回收率在 90.0%~105.0% 之间,相对标准偏差为 1.7%~4.3%,满足分析测定要求。

## 3 结语

采用浸提法/ICP-OES 测定炭黑中的铅、镉、

表 2 样品及加标回收率测定

| 样品    | 元素 | 测定值/( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) | 加标量/( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) | 测定总量/( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) | 相对标准偏差/% | 回收率/% |
|-------|----|-----------------------------------------|-----------------------------------------|------------------------------------------|----------|-------|
| N330  | 铅  | 112.6                                   | 100                                     | 215.5                                    | 1.7      | 102.9 |
|       | 镉  | 9.1                                     | 10                                      | 19.6                                     | 2.5      | 105.0 |
|       | 汞  | 0.2                                     | 1                                       | 1.1                                      | 3.1      | 90.0  |
| N550  | 铅  | 87.4                                    | 100                                     | 184.6                                    | 2.8      | 97.2  |
|       | 镉  | 1.8                                     | 10                                      | 11.2                                     | 4.3      | 94.0  |
|       | 汞  | ND                                      | 1                                       | 0.9                                      | 3.3      | 90.0  |
| SRF   | 铅  | 1.4                                     | 100                                     | 102.6                                    | 2.9      | 101.2 |
|       | 镉  | 0.1                                     | 10                                      | 9.8                                      | 2.3      | 97.0  |
|       | 汞  | 1.1                                     | 1                                       | 2.0                                      | 2.1      | 90.0  |
| DZ-13 | 铅  | 29.2                                    | 100                                     | 127.3                                    | 3.7      | 98.1  |
|       | 镉  | 1.9                                     | 10                                      | 11.4                                     | 2.4      | 95.0  |
|       | 汞  | ND                                      | 1                                       | 0.9                                      | 3.3      | 90.0  |
| 801   | 铅  | 111.2                                   | 100                                     | 213.5                                    | 4.1      | 102.3 |
|       | 镉  | 3.9                                     | 10                                      | 13.2                                     | 3.4      | 93.0  |
|       | 汞  | ND                                      | 1                                       | 0.9                                      | 2.5      | 90.0  |

注:ND 为未检出。

汞含量,快速、准确、灵敏度高,适于推广应用。

中的铅和镉[J]. 分析试验室,2008,27(12):113-115.

[2] 冯利,陈中兰,曾森. 石墨炉原子吸收法测定美白化妆品中铅和镉[J]. 分析科学学报,2008,24(4):461-463.

参考文献:

[1] 金彩杏,钟志,顾捷. 微波消解原子吸收光谱法测定贝类产品

收稿日期:2011-06-01



橡胶密封条在线喷涂工艺

中图分类号:TQ330.6+5 文献标志码:D

由河北新华橡胶密封件集团柳州密封件有限公司申请的专利(公开号 CN 101797553A,公开日期 2010-08-11)“橡胶密封条在线喷涂工艺”,涉及的橡胶喷涂工艺位于橡胶密封条的微波硫化工序与热空气硫化工序之间,包括以下步骤:①备料;②前期搅拌;③配料,配方为固化剂 7~10,水 10~15,涂料 100;④将固化剂与水充分搅拌 5~10 min,形成固化剂混合物;⑤涂料在搅拌的情况下将分散好的固化剂混合物缓缓加入涂料中,搅拌时间不少于 15 min,形成涂料混合物;⑥喷涂,用配制好的涂料混合物对橡胶密封条进行喷涂,其中喷涂的工作温度控制在 80~110 ℃范围内;⑦固化,喷涂过的橡胶密封条放入 80~240 ℃的热风硫化箱中进行固化,固化时间为 3~30 min。该工艺能有效简化生产工艺流程,提高生产效率,降低生产成本。

(本刊编辑部 马 晓)

橡胶注射模具

中图分类号:TQ330.4+6 文献标志码:D

由衡阳华胜精密模具有限公司申请的专利(公开号 CN 101797790A,公开日期 2010-08-11)“橡胶注射模具”,涉及的橡胶注射模具包括模框、流道板和形成伞页的镶件,流道板和镶件安装在模框上,流道板上有进胶道,进胶道上有进胶口,每个进胶口对应两个一级进胶道,每个一级进胶道对应两个二级进胶道,每个二级进胶道对应两个三级进胶道,每个三级进胶道对应两个四级进胶道,每个四级进胶道对应一个形成伞页的镶件,模框上还设有下支撑和侧支撑,镶件上有排气槽。该模具具有进胶速度快、排气效果好、成型时间短、生产效率高、功耗低等特点,注射时间只有 3 min 左右。由于注射时间很短,因此可以在 160 ℃左右的硫化温度下直接进行注射,从而节省了注射时间和降温时间,可节省能耗 50 kW 左右,提高效率 50%。

(本刊编辑部 马 晓)