

# 火焰法测定橡胶制品中的铜、锰、铁、锌、铅和镉含量

AAS-061

**摘要：**参考 ISO-6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009 等相关标准，使用火焰原子吸收法测定了橡胶制品中 Cu、Mn、Fe、Zn、Pb 和 Cd 这 6 种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性关系良好，检出限低，回收率高，适合橡胶和橡胶制品中 6 种元素含量的测定。

**关键词：**橡胶制品 原子吸收 铜 锰 铁 锌 铅 镉

橡胶可分为天然橡胶和合成橡胶，是一种具有弹性、不透水和空气的高分子材料。橡胶及其制品广泛应用于工业和人类日常生活的各个方面，如：制作胶带、胶管、胶鞋、轮胎、密封件、减震零件等。

关于橡胶中金属元素的检测，相关的标准有 ISO-

6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009 等。在这些标准中，推荐的样品前处理方法主要有干式灰化法、微波消解法、湿法消解等，本文参照这些标准，采用微波消解的前处理方法，使用火焰原子吸收分光光度法检测了橡胶制品中 Cu、Mn、Fe、Zn、Pb 和 Cd 的含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿包括玻璃器皿和聚四氟乙烯容器（30% 硝酸浸泡 24 小时）；实验所用硝酸为优级纯试剂，

过氧化氢为分析纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制 6 种元素的一系列标准溶液，开机待仪器稳定后，按表 1 中的仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

| 元素 | 波长<br>nm | 火焰类型                              | 燃烧头高度<br>(mm) | 点灯方式   | 狭缝<br>(nm) | 灯电流<br>(mA) | 燃气流量<br>(L/min) | 助燃气流量<br>(L/min) |
|----|----------|-----------------------------------|---------------|--------|------------|-------------|-----------------|------------------|
| Cu | 324.8    | Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> | 7             | BGC-D2 | 0.7        | 8           | 1.8             | 15.0             |
| Mn | 279.5    | Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> | 7             | BGC-D2 | 0.2        | 10          | 2.0             | 15.0             |
| Fe | 248.3    | Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> | 9             | BGC-D2 | 0.4        | 12          | 2.2             | 15.0             |
| Zn | 213.9    | Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> | 7             | BGC-D2 | 0.7        | 8           | 2.0             | 15.0             |
| Pb | 283.3    | Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> | 7             | BGC-D2 | 0.7        | 10          | 2.0             | 15.0             |
| Cd | 228.8    | Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> | 7             | BGC-D2 | 0.7        | 8           | 1.8             | 15.0             |

### 1.4 样品前处理

用剪刀将样品剪碎成尺寸小于 2 mm × 2 mm 的小碎片，称取 0.2 g 样品置于聚四氟乙烯消解罐内，加入 5 ml 浓硝酸和 2 ml 30% 过氧化氢。将消解罐置于微波消解仪内，依照表 2 中的升温程序逐步升温消解。消解完毕，待消解液温度降至 50 以后，取出消解罐，将罐

内液体转移至 50 mL 聚四氟乙烯烧杯内，以少量水多次冲洗消解罐并转移冲洗液至聚四氟乙烯烧杯内。

将烧杯置于加热板上，于 120 的温度下加热赶酸至烧杯内液体近干后以 1% 硝酸定容于 25 mL 容量瓶内，过滤残渣，分析时稀释相应倍数检测各元素。

除不称取样品外，按照上诉同样步骤做空白实验。

表 2. 微波消解升温程序

| 步骤  | 时间 (min) | 温度(°C) |
|-----|----------|--------|
| 升温1 | 5        | 140    |
| 恒温2 | 2        | 140    |
| 升温3 | 5        | 210    |
| 恒温4 | 15       | 210    |

注：此升温程序参照标准 SN/T 2267-2009

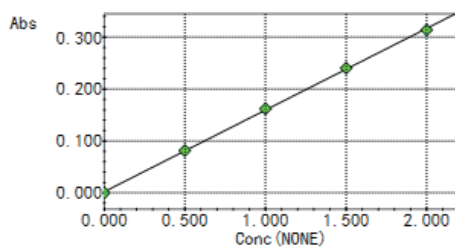
## 结果与讨论

### 2.1 标准曲线及方程式

依照表 3 中所述，配制 6 种元素的不同浓度标准溶液，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线。

表 3 各元素标准曲线浓度

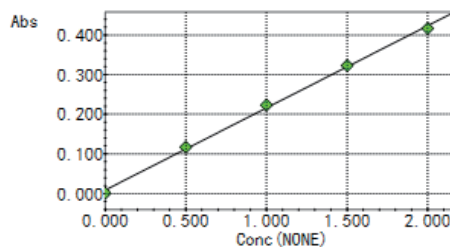
| 元素 | 浓度(mg/L) |     |     |     |      |
|----|----------|-----|-----|-----|------|
| Cu | 0        | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 2.0  |
| Mn | 0        | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 2.0  |
| Fe | 0        | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 2.0  |
| Zn | 0        | 0.2 | 0.5 | 0.8 | 1.0  |
| Pb | 0        | 2.0 | 4.0 | 6.0 | 10.0 |
| Cd | 0        | 0.2 | 0.4 | 0.6 | 0.8  |



$$\text{Abs} = 0.15744\text{Conc} + 0.0022400$$

$$r = 0.9998$$

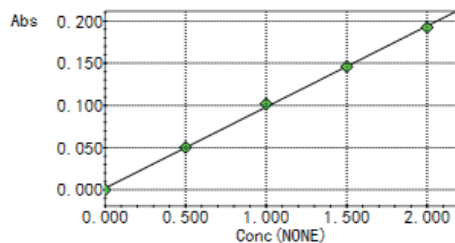
图 1. Cu 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.20736\text{Conc} + 0.0087600$$

$$r = 0.9991$$

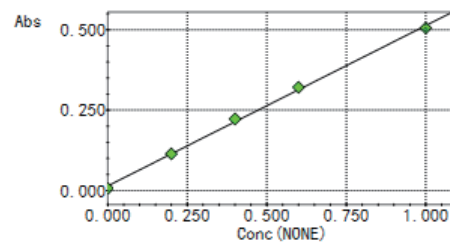
图 2. Mn 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.096040\text{Conc} + 0.0021000$$

$$r = 0.9996$$

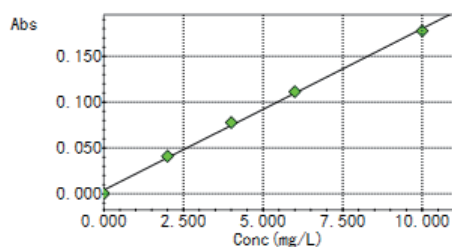
图 3. Fe 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.49879\text{Conc} + 0.014712$$

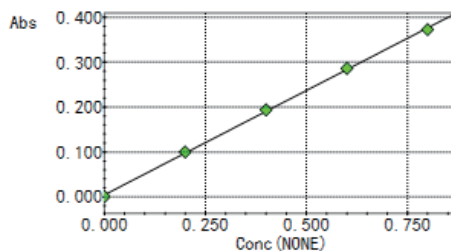
$$r = 0.9991$$

图 4. Zn 标准曲线



Abs=0.017606Conc+0.0041932  
r=0.9990

图 5. Pb 标准曲线



Abs=0.46530Conc+0.0044200  
r=0.9997

图 6. Cd 标准曲线

在各自的浓度范围内，6种检测元素的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9990\sim 0.9998$ 。

## 2.2 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素的检出限，结果如表 4 所示：

表 4 各元素检出限

| 元素        | Cu    | Mn    | Fe    | Zn    | Pb    | Cd    |
|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 检出限(mg/L) | 0.008 | 0.007 | 0.019 | 0.005 | 0.051 | 0.003 |

## 2.3 样品检测结果、加标回收率和精密度

以剪碎成细小颗粒的自行车内胎为检测样品，微波消解定容后稀释一定倍数检测，得样品中 6 种元素含量；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表 5 样品中各元素含量、加标回收率和精密度

| 元素 | 样品含量(mg/kg) | 加标量(mg/kg) | 检测含量(mg/kg) | 加标回收率(%) | RSD(%, n=5) |
|----|-------------|------------|-------------|----------|-------------|
| Cu | 87.30       | 100        | 183.13      | 95.8     | 0.79        |
| Mn | 17.57       | 20         | 37.58       | 100.1    | 0.57        |
| Fe | 1161.63     | 500        | 1587.23     | 85.1     | 0.45        |
| Zn | 22001.70    | 5000       | 26262.01    | 85.2     | 0.71        |
| Pb | 29.16       | 25         | 56.85       | 110.8    | 4.10        |
| Cd | N.D.        | 25         | 25.09       | 100.4    | 0.66        |

注：N.D.表示未检出

## 结论

参考 ISO-6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009 等相关标准，使用火焰原子吸收法测定了橡胶制品中 Cu、Mn、Fe、Zn、Pb 和 Cd 这 6 种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性线性相关系数  $r=0.9990\sim 0.9998$ ，检出限  $0.003\sim 0.051$  mg/L，回收率在  $85.1\%\sim 110.8$  之间，适合橡胶和橡胶制品中 6 种元素含量的测定。