



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 29612—2013

---

## 炭黑中镉、铅、汞含量的测定

Determination of cadmium, lead, mercury content for carbon black

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



## 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。

## 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 cm<sup>3</sup>。
- 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 cm<sup>3</sup>。
- 4.7 容量瓶,容积为 100 cm<sup>3</sup>、500 cm<sup>3</sup>、1 000 cm<sup>3</sup>。
- 4.8 单标线移液管,容量 1 cm<sup>3</sup>、5 cm<sup>3</sup>、10 cm<sup>3</sup>、20 cm<sup>3</sup>,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

228.8 nm、283.3 nm、253.7 nm 波长处测定吸光度,据此计算镉、铅、汞含量。

## 5.2 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂,试验用水是蒸馏水或同等纯度的水,应符合 GB/T 6682 中二级水的要求。

注 1: 建议优先选用商品镉、铅、汞标准溶液来代替 5.2.2~5.2.7 配制的溶液。

### 5.2.1 盐酸溶液(质量分数为 12%)

用 50 cm<sup>3</sup> 水稀释 20 cm<sup>3</sup> 盐酸进行配制。

### 5.2.2 镉标准储备溶液(1 000 mg/dm<sup>3</sup>)

在 100 cm<sup>3</sup> 的烧杯中,将 1.000 g±0.001 g 的高纯镉或 1.142 g 氧化镉溶于 10 cm<sup>3</sup> 水和 5 cm<sup>3</sup> 硝酸的混合液中,在通风橱中煮沸以排出氮氧化物,冷却后将溶液转移到 1 000 cm<sup>3</sup> 的容量瓶中,加水稀释至刻度并摇匀。1 cm<sup>3</sup> 此标准溶液含 1 000 μg 镉。

### 5.2.3 镉标准溶液(10 mg/dm<sup>3</sup>)

用移液管将 5.0 cm<sup>3</sup> 的镉标准储备溶液移入一个 500 cm<sup>3</sup> 的容量瓶中,加入 1 cm<sup>3</sup> 硝酸,加水稀释至刻度并摇匀。1 cm<sup>3</sup> 此标准溶液含 10 μg 镉。

### 5.2.4 铅标准储备溶液(1 000 mg/dm<sup>3</sup>)

在 100 cm<sup>3</sup> 的烧杯中,将 1.000 g±0.001 g 的高纯铅或 1.598 g 硝酸铅溶于 10 cm<sup>3</sup> 水和 5 cm<sup>3</sup> 硝酸的混合液中,在通风橱中煮沸以排出氮氧化物,冷却后将溶液转移到 1 000 cm<sup>3</sup> 的容量瓶中,加水稀释至刻度并摇匀。1 cm<sup>3</sup> 此标准溶液含 1 000 μg 铅。

### 5.2.5 铅标准溶液(10 mg/dm<sup>3</sup>)

用移液管将 5.0 cm<sup>3</sup> 的铅标准储备溶液移入一个 500 cm<sup>3</sup> 的容量瓶中,加入 1 cm<sup>3</sup> 硝酸,加水稀释至刻度并摇匀。1 cm<sup>3</sup> 此标准溶液含 10 μg 铅。

### 5.2.6 汞标准储备溶液(1 000 mg/dm<sup>3</sup>)

在 100 cm<sup>3</sup> 的烧杯中,将 1.000 g±0.001 g 的高纯汞或氧化汞 1.080 g 溶于 10 cm<sup>3</sup> 水和 5 cm<sup>3</sup> 硝酸( $\rho=1.42$  mg/m<sup>3</sup>)的混合液中,煮沸以排出氮氧化物,冷却后将溶液转移到 1 000 cm<sup>3</sup> 的容量瓶中,加水稀释至刻度并摇匀。1 cm<sup>3</sup> 此标准溶液含 1 000 μg 汞。

### 5.2.7 汞标准溶液(10 mg/dm<sup>3</sup>)

用移液管将 5.0 cm<sup>3</sup> 的汞标准储备溶液移入一个 500 cm<sup>3</sup> 的容量瓶中,加入 1 cm<sup>3</sup> 硝酸,加水稀释至刻度并摇匀。1 cm<sup>3</sup> 此标准溶液含 10 μg 汞。

### 5.2.8 乙炔气

高纯气,含量 99.9% 以上,压力大于 0.5 MPa,符合 GB 6819 的技术要求以压缩气方式供给。



### 5.3 分析步骤

#### 5.3.1 试样溶液的制备

##### 5.3.1.1 标准校准溶液的制备

###### 5.3.1.1.1 镉(Cd)标准校准溶液的制备

在4个100 cm<sup>3</sup>容量瓶中,分别加入10 mg/dm<sup>3</sup>的1 cm<sup>3</sup>、5 cm<sup>3</sup>、10 cm<sup>3</sup>、20 cm<sup>3</sup>镉标准溶液,加水稀释至刻度并摇匀。这4个瓶分别含0.1 μg、0.5 μg、1.0 μg、2.0 μg的镉。

###### 5.3.1.1.2 铅(Pb)标准校准溶液的制备

在4个100 cm<sup>3</sup>容量瓶中,分别加入10 mg/dm<sup>3</sup>的10 cm<sup>3</sup>、20 cm<sup>3</sup>、30 cm<sup>3</sup>、50 cm<sup>3</sup>铅标准溶液,加水稀释至刻度并摇匀。这4个瓶分别含1 μg、2 μg、3 μg、5 μg的铅。

###### 5.3.1.1.3 汞(Hg)标准校准溶液的制备

在4个100 cm<sup>3</sup>容量瓶中,分别加入10 mg/dm<sup>3</sup>的1 cm<sup>3</sup>、5 cm<sup>3</sup>、10 cm<sup>3</sup>、20 cm<sup>3</sup>汞标准溶液,加水稀释至刻度并摇匀。这4个瓶分别含0.1 μg、0.5 μg、1.0 μg、2.0 μg的汞。

##### 5.3.1.2 标准校准溶液吸光度的测定

5.3.1.2.1 按照仪器说明书的要求,依次将5.3.1.1.1制备的镉标准校准溶液吸入原子吸收分光度计的火焰中,并记录在波长为228.8 nm处的吸光度值。每次测定后,将水吸入火焰中。

5.3.1.2.2 按照仪器说明书的要求,依次将5.3.1.1.2制备的铅标准校准溶液吸入原子吸收分光度计的火焰中,并记录在波长为283.3 nm处的吸光度值。每次测定后,将水吸入火焰中。

5.3.1.2.3 按照仪器说明书的要求,依次将5.3.1.1.3制备的汞标准校准溶液吸入原子吸收分光度计的火焰中,并记录在波长为253.7 nm处的吸光度值。每次测定后,将水吸入火焰中。

##### 5.3.1.3 绘制校准曲线

分别以标准校准溶液的镉、铅、汞含量为横坐标,单位用μg/cm<sup>3</sup>表示,与对应的吸光度值为纵坐标画3条溶液吸光度校准曲线。

#### 5.3.2 空白试验

空白试验与试样测定同时进行,采用相同的试剂和步骤,但不加试样。

#### 5.3.3 测定

##### 5.3.3.1 镉、铅、汞试样溶液的制备

5.3.3.1.1 取适量试样按GB/T 3780.8的规定进行干燥。

5.3.3.1.2 镉、铅试样溶液的制备:称取约8g的炭黑试样于铂坩埚内,根据GB/T 3780.10的规定燃烧试样。在通风橱内,加约30 cm<sup>3</sup>的盐酸溶液于装有灰烬的坩埚中,将坩埚置于沙盘上,缓慢加热,直至灰烬溶解,并转移到一个100 cm<sup>3</sup>的容量瓶中(若有不能溶解的残渣,应用定量滤纸过滤),每次用少量的水冲洗坩埚,共计3次。将洗涤液移入容量瓶内,加水至刻度。

5.3.3.1.3 汞试样溶液的制备:称取约8g的炭黑试样于铂坩埚内,在100 Pa及250℃的条件下,在密闭的石英反应器中将炭黑用硝酸完全消化。在通风橱内,加约30 cm<sup>3</sup>的盐酸于装有灰烬的坩埚中,将

坩埚置于沙盘上,缓慢加热,直至灰烬溶解,并转移到一个 100 cm<sup>3</sup> 的容量瓶中,每次用 1 cm<sup>3</sup> 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:

$\omega$  ——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(cm<sup>3</sup>);

$\rho_1$  ——试样溶液中镉、铅、汞含量的数值,单位为微克每立方厘米( $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ );

$\rho_2$  ——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。



## 6 等离子发射光谱仪法(B法)

### 6.1 方法概要

样品由载气(氩)带入雾化系统进行雾化后,以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道,在高温和惰性气氛中被充分蒸发、原子化、电离和激发,发射出所含元素的特征谱线。根据特征谱线的存在与否,鉴别样品中是否含有某种金属元素(定性分析);根据特征谱线强度确定样品中相应金属元素的含量(定量分析)。

### 6.2 样品制备

一种方法是根据 GB/T 3780.10 的规定燃烧试样,用盐酸溶液溶解余下的灰烬。另一种是在 100 Pa、250 °C 条件下,在密闭的石英反应器中将炭黑用硝酸完全消化,该方法可以使易挥发的金属如 Hg、As 等氧化物的损失率降到最小。然后采用等离子发射光谱法对溶液中的重金属分别进行定量。

### 6.3 实验步骤

用离子发射光谱仪测试炭黑中镉(Cd)、铅(Pb)、汞(Hg)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。

## 7 X 荧光光谱仪法(C法)

### 7.1 方法概要

X 荧光光谱仪(XRF)由激发源(X 射线管)和探测系统构成。X 射线管产生入射 X 射线(一次 X 射线),激发被测样品。受激发的样品中的每一种元素会放射出二次 X 射线,并且不同的元素所放射出的二次 X 射线具有特定的能量特性或波长特性。探测系统测量这些放射出来的二次 X 射线的能量及数量。然后,仪器软件将探测系统所收集到的信息转换成样品中各种元素的种类及含量。

### 7.2 实验步骤

用 X 荧光光谱仪测试炭黑中镉(Cd)、铅(Pb)、汞(Hg)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。炭黑中铜(Cu)、锑(Sb)、砷(As)、钡(Ba)、铬(Cr)、硒(Se)含量的测定见附录 A。

## 8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 试样的名称及标识;
- b) 本标准编号;
- c) 使用的方法(A法、B法或C法);
- d) 与基本分析步骤的差异;
- e) 试验中的异常现象;
- f) 试验日期。

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。

---



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](http://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

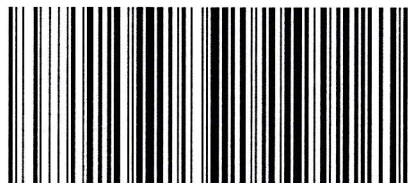
\*

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