

Application Note

Определение Свинца и Кадмия

в пластмассе / ICPE-9000



■ Описание

Метод ИСП спектроскопии может быть использован для измерения низких содержаний свинца и кадмия в пластмассе. В этом приложении описывается методика выполнения измерений на многопрофильном ICPE-9000 спектрометре. Разложение образцов пластмасс проводилось методом озоления, методом растворения в кислотах и методом микроволнового разложения.

■ Образцы

BСR680, 681 (Стандарты полиэтилена)

■ Пробоподготовка: Озоление

- (1) Навеску стандартного образца массой 0,2 г поместить в кварцевый тигель.
- (2) Смочить образец серной кислотой и нагревать на плитке до полного удаления белых паров SO_3 .
- (3) Поместить остаток в муфельную печь и проводить озоление при $450^\circ C$.
- (4) После озоления, добавить 5 мл соляной кислоты (1:2) и выпаривать досуха на водяной бане.
- (5) Добавить 10 мл 1 моль/л азотной кислоты и продолжать разложение на плитке.
- (6) После охлаждения, конечный объем раствора довести до 20 мл.

(Справочная литература: Food Hygiene Test Guidelines, 2005 Physics and Chemistry Vol., Ministry of Health, Labor and Welfare)

■ Пробоподготовка: Разложение в кислотах

(Разложение с помощью колбы Кьельдаля)

- (1) Навеску стандартного образца массой 0,2 г поместить в колбу Кьельдаля.
- (2) Добавить серной кислоты, азотной кислоты, перекиси водорода и разлагать в колбонагревателе (при $300^\circ C$) до карбонизации (почернения)

пробы и полного удаления (белых) паров SO_3 .

- (3) После почернения раствора, добавить азотной кислоты и перекиси водорода и продолжать нагревание (до $350^\circ C$). Продолжать разложение до легкого пожелтения содержимого колбы.
- (4) После охлаждения, конечный объем раствора довести до 20 мл.
(Справочная литература: BS EN1122 Method A: 2001)

■ Пробоподготовка:

Микроволновое разложение

- (1) Навеску стандартного образца массой 0,2 г поместить в ПТФЭ сосуд.
- (2) Добавить азотной кислоты и перекиси водорода, поместить сосуд в микроволновую печь и разлагать до полного растворения содержимого.
- (3) После охлаждения, конечный объем раствора довести до 20 мл.

*Для проб, содержащих большие количества мешающих веществ, рекомендуется добавление плавиковой кислоты. (Справочная литература: US EPA SW-846 Method3052)

■ Настройки прибора

Спектрометр	: ICPE-9000
Мощность генератора	RF : 1,2 кВт
Плазмообразующий газ	: 10 л/мин
Вспомогательный газ	: 0,6 л/мин
Газ-носитель	: 0,8 л/мин
Система ввода пробы	: Nebulizer 10
Распыление пробы	: 1,0 мл/мин
Распылительная камера	: Циклонного типа
Дополнительное оснащение	: Мини-горелка
Направление обзора	: Аксиальное

■ Результаты измерений

В таблице 1 представлены результаты измерений и пределы обнаружения. Хорошие результаты получены по свинцу и кадмию, при использовании метода озоления, по кадмию общему хрому и

ртути при использовании метода Кьельдаля, и по всем элементам, при микроволновом разложении. На рис. 1 показаны контуры спектральных линий, а на рис. 2 калибровочные зависимости.

Таблица 1 Результаты измерений стандартного образца пластмассы (Ед. измерения: мг/кг) (Концентрации металлов в твердом веществе)

Стандарты	BCR680				BCR681				* Пределы обнаружения (3σ)
	Озоление	Кислотное разложение	МВ разложение	Значение в стандарте	Озоление	Кислотное разложение	МВ Разложение	Значение в стандарте	
Cd	141	140	140	140.8	21.0	21.4	21.7	21.7	0.02
Pb	105	< 0.2	108	107.6	13.1	< 0.2	13.5	13.8	0.2
Cr	105	112	112	114.6	16.2	17.2	17.5	17.7	0.03
Hg	< 0.2	24.0	25.6	25.3	< 0.2	4.3	4.6	4.5	0.2
As	28	31	30	30.9	4	4	5	3.93	0.5

* Пределы обнаружения получены при измерении раствора 0,2г / 20мл

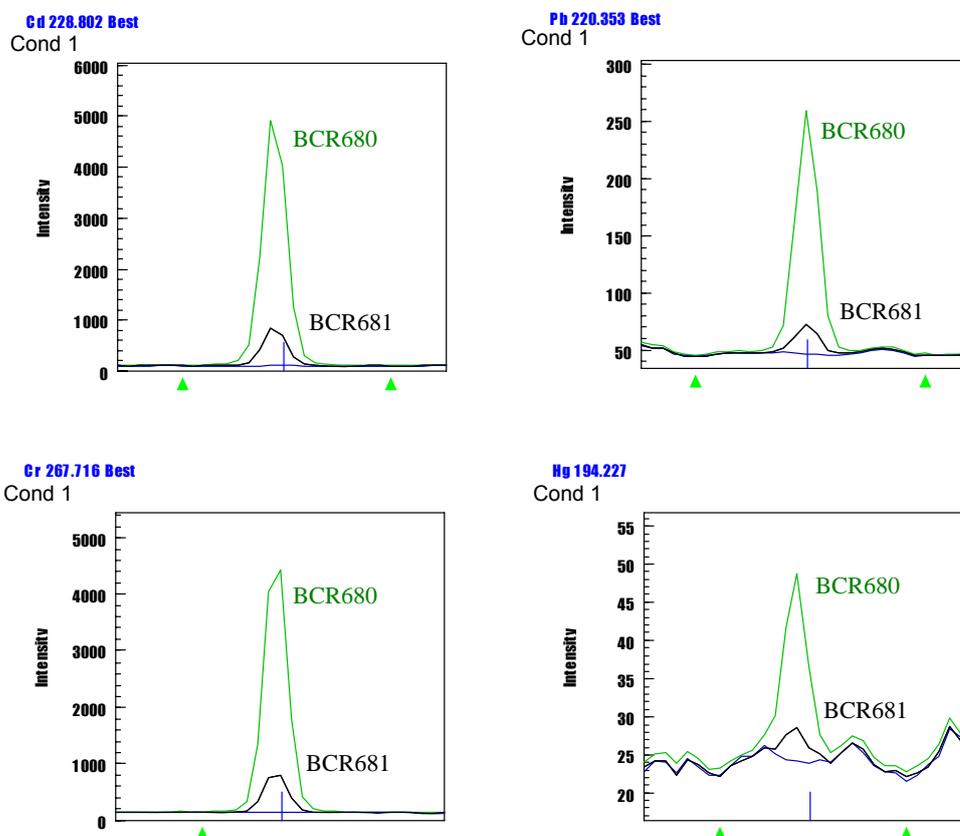
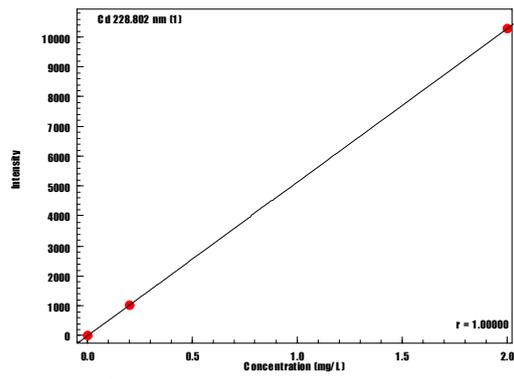


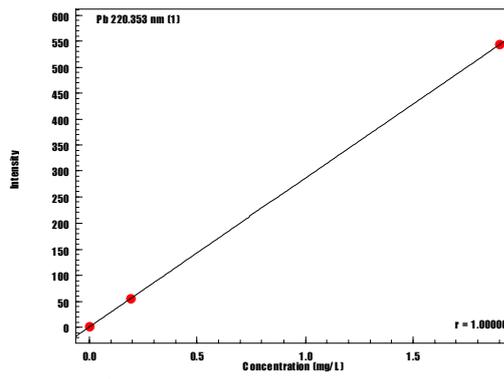
Рис. 1 Контурные спектральных линий

The given specifications serve purely as technical information for the user. No guarantee is given on technical specification of the described product and/or procedures.



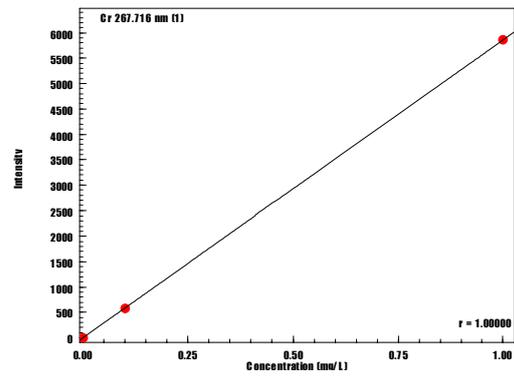
Equation: $y = 0.000000x + 1.945113e-004$ Weight: 1

Factor: $b = 0.0000000$ $d = -5.760245e-004$ None



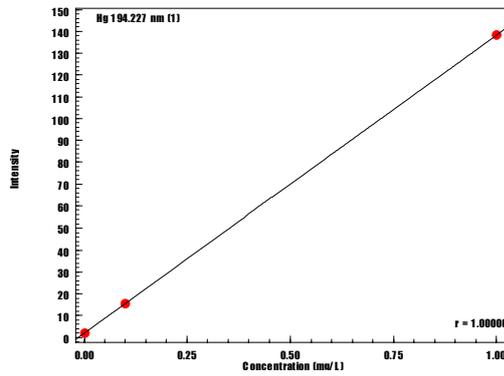
Equation: $y = 0.000000x + 0.0035057$ Weight: 1

Factor: $b = 0.0000000$ $d = -0.0070173$ None



Equation: $y = 0.000000x + 1.704560e-004$ Weight: 1

Factor: $b = 0.0000000$ $d = -3.038933e-004$ None



Equation: $y = 0.000000x + 0.0073296$ Weight: None

Factor: $b = 0.0000000$ $d = -0.0151090$ Origin: None

Рис. 2 Калибровочные зависимости

The given specifications serve purely as technical information for the user.
No guarantee is given on technical specification of the described product and/or procedures.