



中华人民共和国国家标准

GB/T 11201—2002
代替 GB/T 11201—1989

橡胶中铁含量的测定 原子吸收光谱法

**Rubber—Determination of iron content by
atomic absorption spectrometry**

(ISO 6101-5:1990, Rubber—Determination of metal content by atomic absorption spectrometry—Part 5: Determination of iron content, MOD)

2002-10-15 发布

2003-04-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准修改采用 ISO 6101-5:1990《橡胶中金属含量的测定 原子吸收光谱法 第 5 部分:铁含量的测定》(英文版)。

本标准代替 GB/T 11201—1989《硫化橡胶中金属含量的测定 火焰原子吸收光谱法 第四部分:铁含量的测定》,因为国际上的发展原标准在技术上已过时。

本标准根据 ISO 6101-5:1990 重新起草,其技术性差异及原因如下:

- a) 分析天平的分度值由国际标准的 0.01 mg 改为 0.1 mg(本标准 5.1)。因为分度值为 0.1 mg 的分析天平在本标准中使用不会影响试验结果的准确度,且国内绝大多数实验室使用分度值为 0.1 mg 的分析天平;
- b) 适用对象由生胶、橡胶制品改为生胶、胶乳、混炼胶及硫化胶(本标准 1)。因为硫化胶包含橡胶制品,使适用范围更全面;
- c) 将高温炉能控制的温度 $550\text{℃}\pm 25\text{℃}$ 改为 $550\text{℃}\pm 25\text{℃}$ 或 $950\text{℃}\pm 25\text{℃}$ (本标准 5.2)。因为有时在 $550\text{℃}\pm 25\text{℃}$ 不能灰化完全,须在 $950\text{℃}\pm 25\text{℃}$ 才能灰化完全;
- d) 将橡胶制品的取样改为硫化胶的取样方法及混炼胶参照硫化胶的取样方法进行取样(本标准 6)。因为适用对象的改变,取样方法也作相应调整。同时在引用标准时也比 ISO 6101-5:1990 多引用了 GB/T 17783《硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验》。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) 密度、浓度、体积单位分别由 mg/cm^3 、 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 cm^3 改为 g/mL 、 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 mL 。

本标准与前一版本相比主要变化如下:

- a) 本标准中测定波长由 248.3 nm 改为 248.3 nm 和 372.0 nm(1989 年版的 3;本版的 3);
- b) 本标准中铁粉的纯度由质量分数大于 99.99% 改为质量分数大于 99%(1989 年版的 4.2;本版的 4.6);
- c) 本标准对标准溶液的配制方法进行了修改,与国际标准一致(1989 年版的 4.6.1,4.6.2,6.2.1;本版的 4.6,7.3.1);
- d) 本标准对盐酸溶液的配制进行了修改,与国际标准一致(1989 年版的 4.5;本版的 4.3);
- e) 本标准对灰分溶解进行了修改(1989 年版的 6.1.2;本版的 7.2.2);
- f) 本标准增加了第 6 章“取样”(本版的 6)。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国橡胶委通用化学试验方法分技术委员会归口。

本标准起草单位:上海橡胶制品研究所。

本标准起草人:王丁林。

本标准委托全国橡胶委通用化学试验方法分技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 11201—1989。

橡胶中铁含量的测定 原子吸收光谱法

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

本标准规定了原子吸收光谱法测定橡胶中铁含量的方法。

本标准适用于铁含量在 5.0 mg/kg~1 000 mg/kg 的生胶、胶乳、混炼胶及硫化胶。适当调整试样质量和稀释待测溶液浓度或稀释待测溶液浓度,可以测定铁含量高于 1 000 mg/kg 的样品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 4498 橡胶 灰分的测定(eqv ISO 247)

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及制样方法(idt ISO 1795)

GB/T 17783 硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验(idt ISO 4661-2)

ISO 123 橡胶乳胶 取样

ISO 648 实验室玻璃器具类 单标线移液管

ISO 1042 实验室玻璃器具类 单标线容量瓶

3 原理

根据 GB/T 4498 中 A 法或 B 法,将试样进行灰化。灰分用盐酸溶解,若有硅酸盐存在,用硫酸和氢氟酸的混合液分解除去。试样溶解后,配成适当浓度的试液,以铁元素空心阴极灯为光源,含量在 10 mg/kg 以下,在 248.3 nm 处测其吸光度,含量在 10 mg/kg~1 000 mg/kg 之间,在 372.0 nm 处测其吸光度。根据在相同条件下测定系列铁标准溶液所得标准曲线,计算试样中的铁含量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 硫酸: $\rho=1.84$ g/mL;

4.2 盐酸: $\rho=1.19$ g/mL;

4.3 盐酸溶液: $1+3(V_1+V_2)$,用 3 体积的水稀释 1 体积的浓盐酸(4.2);

4.4 氢氟酸: $\rho=1.13$ g/mL,质量分数为 38%~40%;

4.5 硝酸: $\rho=1.42$ g/mL;

4.6 铁标准溶液: $1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。称取 1.000 0 g 铁粉(纯度为质量分数大于 99%)置于 250 mL 锥形瓶中,用 100 mL 的盐酸溶液和 10 mL 的硝酸混合液溶解,然后转移到 1 000 mL 的容量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度并摇匀。

5 仪器

使用普通实验室仪器和下列仪器,须保证所有的仪器和实验器具无铁离子。

- 5.1 分析天平:分度值 0.1 mg;
- 5.2 高温炉:能使温度控制在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 或 $950^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$;
- 5.3 烧杯:容量为 250 mL;
- 5.4 容量瓶:与 ISO 1042 中 A 类的要求相符合;
- 5.5 过滤漏斗;
- 5.6 石英坩埚或瓷坩埚:容量为 150 mL;
- 5.7 铂坩埚:50 mL;
- 5.8 铂棒;
- 5.9 滤纸;
- 5.10 电热加热器;
- 5.11 锥形瓶 250 mL;
- 5.12 原子吸收光谱仪,装有能发出所需波长光的空心阴极灯和使用乙炔作燃气和压缩空气作助燃气的燃烧器。仪器的操作应根据仪器说明书上规定的最佳性能条件进行。可以使用电热原子化装置(石墨炉),应由技术人员根据仪器说明书上规定的最佳性能条件进行操作。
- 5.13 移液管:与 ISO 648 中 A 类的要求相符合;
- 5.14 表面皿;
- 5.15 水浴锅。

6 取样

- 6.1 生胶按 GB/T 15340 规定执行。
- 6.2 胶乳按 ISO 123 规定执行。
- 6.3 硫化胶按 GB/T 17783 规定执行。
- 6.4 混炼胶参照 GB/T 17783 规定执行。

7 分析步骤

7.1 试样的制备

- 7.1.1 用盐酸溶液洗涤试样以除去表面杂质,再用水洗涤后烘干置于干燥器中备用。
- 7.1.2 称取 1.0 g(精确至 0.1 mg)用非铁制的切割工具磨碎或剪碎的橡胶置于坩埚中。若铁含量在 5 mg/kg 左右,可增加试样质量,最大到 5.0 g,以保证获得可靠的吸光度。
- 7.1.3 若已知橡胶中有硅酸盐存在,则用铂坩埚,根据 7.1.2 进行。

7.2 试液的制备

7.2.1 灰化

根据 GB/T 4498 中 A 法或 B 法,将试样置于高温炉中进行灰化。如果灰分呈黑色,小心地用铂棒搅拌并继续加热使之烧尽。

7.2.2 灰分的溶解

灰化后,让坩埚及灰分冷却至室温。小心加入 20 mL 盐酸溶液到灰分中,盖上表面皿,在水浴中加热 30 min。

把溶液和残渣一起转移到 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 盐酸溶液,加热 30 min。

如果残渣完全溶解,将溶液转移到 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度,根据 7.4 进行。

若灰分没有完全溶解,若有硅酸盐存在,根据 7.1.3 和 7.2.1 重新取样灰化,加入几滴硫酸并加热至发烟。冷却后再加 3 滴硫酸和 5 mL 氢氟酸,置于通风橱中的电热板上或沙浴锅中加热,用铂棒搅拌直至蒸干,重复进行两次。

冷却后加入 50 mL 盐酸溶液,盖上表面皿加热 10 min。过滤并用盐酸溶液洗涤,合并滤液和洗涤

液,转移到 100 mL 容量瓶中。用盐酸溶液稀释至刻度后摇匀。根据 7.4 继续试验。

7.3 标准曲线的绘制

7.3.1 标准溶液的制备

7.3.1.1 铁标准溶液, $10 \mu\text{g/mL}$: 用移液管移取 10 mL 铁标准溶液(4.6)加入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度后摇匀。

7.3.1.2 系列标准溶液的制备: 按表 1 所列标准溶液(7.3.1.1)的量,分别加到八个 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度后摇匀。

表 1 标准溶液(7.3.1.1)的体积与对应的铁浓度

标准溶液(7.3.1.1)的体积/mL	对应的铁浓度/ $(\mu\text{g/mL})$
100	10.0
50	5.0
20	2.0
10	1.0
5	0.5
2 ¹⁾	0.2 ¹⁾
1 ¹⁾	0.1 ¹⁾
0 ²⁾	0

1) 只有在原子吸收光谱仪的灵敏度足够高时才有准确的结果。
2) 空白溶液

7.3.2 系列标准溶液吸光度的测定

开启光谱仪,使仪器充分稳定。把波长调至 248.3 nm 或 372.0 nm,按仪器使用说明书进行操作,或根据仪器的特性把测试条件调到最佳。

连续吸取标准溶液(7.3.1.2)到燃烧器火焰中去。每一溶液的吸光度测两次,取平均读数。每一次测量后,吸取水清洗燃烧器。

7.3.3 标准曲线的绘制

以系列标准溶液的铁浓度($\mu\text{g/mL}$)作为横坐标,经空白溶液校正过的相应标准溶液的吸光度作为纵坐标作图,即得标准曲线:

- a) $0.1 \mu\text{g/mL} \sim 1 \mu\text{g/mL}$ 对应于 248.3 nm;
- b) $1 \mu\text{g/mL} \sim 10 \mu\text{g/mL}$ 对应于 372.0 nm。

7.4 试样溶液的测定

按 7.3.2 中详细的步骤,在 248.3 nm 或 372.0 nm 波长处测定试样溶液(7.2.2)的吸光度。

如果试样溶液的吸光度高于表 1 中最高铁浓度的吸光度,需准确移取 V 体积的试样溶液(7.2.2)于 100 mL 的容量瓶中,用盐酸溶液稀释至刻度,重新测定。

用不含试样部分的盐酸溶液作为空白溶液,平行测定其吸光度。若试样的制备使用了硫酸和氢氟酸,相同量的混合酸用于制备空白溶液。

8 结果的表述

8.1 直接从相应的标准曲线(见 7.3.3)上读取试样溶液的铁浓度。

试样中铁含量 X 以每千克试样中以毫克计的铁的质量表示,计算公式为:

$$X(\text{mg/kg}) = \frac{\rho_1 - \rho_0}{m} \times f \times 1000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——试样溶液从标准曲线上读取的铁浓度,单位为微克/毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白溶液从标准曲线上读取的铁浓度,单位为微克/毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试样的质量,单位为克(g);

f ——试样溶液的稀释因子(见 7.4);

$f=100/V$,其中 V 是在 7.4 中吸出的试样溶液的体积, mL。

8.2 试验结果可用三种格式表示:若结果大于 1 000 mg/kg,用质量分数表示;若结果在 5 mg/kg~1 000 mg/kg之间,用 mg/kg 作单位表示;若结果小于 5 mg/kg,用“<5 mg/kg”表示。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 全部测试的详细过程;
 - b) 取样的方法;
 - c) 本标准的引用标准;
 - d) 灰化和溶解所使用的方法;
 - e) 所使用仪器型号;
 - f) 试验结果;
 - g) 在试验过程中出现的异常情况;
 - h) 所使用的任何非标准操作。
-