



中华人民共和国国家标准

GB/T 13248—2008/ISO 7780:1998
代替 GB/T 13248—1991

橡胶和胶乳 锰含量的测定 高碘酸钠光度法

Rubber and rubber latices—Determination of manganese content—
Sodium periodate photometric methodes

(ISO 7780:1998, IDT)

2008-06-04 发布

2008-12-01 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

本标准等同采用 ISO 7780:1998《橡胶和胶乳 锰含量的测定 高碘酸钠光度法》(英文版)。

本标准代替 GB/T 13248—1991《硫化橡胶中锰含量的测定 高碘酸钠光度法》。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 删除了 ISO 前言;
- c) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- d) 把文中的“警告”提到正文前。

本标准与 GB/T 13248—1991 相比主要变化如下:

- 增加了适用范围(本版第 1 章,1991 版第 1 章);
- 增加了四个引用文件(本版第 2 章);
- 修改了原理的陈述方法(本版第 3 章,1991 版 2.1;本版 4.1,1991 版 3.1);
- 增加了试验中稳定水的制备过程(本版 3.2.5;本版 4.2.6);
- 增加了锰标准溶液的制备方法(本版 3.2.7a);
- 增加了试样的制备(本版 3.4;本版 4.4);
- 增加了试样的准备和试液的准备(本版 3.5.1、3.5.2;本版 4.5);
- 将称样量由原版的 2 g 改为本版生胶的 10 g,胶乳的 10 g,混炼胶和硫化胶的 10 g(本版 3.5.1.1,3.5.1.2 和 3.5.1.3,1991 版 2.4.2;本版 4.5,1991 版 2.4.2);
- 增加了试验报告的内容(本版 3.7;本版 4.7)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶标委橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准负责起草单位:北京橡胶工业研究设计院。

本标准主要起草人:苍飞飞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13248—1991。

橡胶和胶乳 锰含量的测定

高碘酸钠光度法

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,使用者有责任采用适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规的条件。

1 范围

本标准规定了两种用高碘酸钠光度法测定硫化橡胶、生胶、混炼胶和胶乳中的锰含量,两种方法还包括了含氯橡胶的分析测定。

本标准第3章规定了不受所含有大量填料的影响,这些填料可以是合成或天然硅酸盐或以不同形式存在的碳酸钙,也可以是试验条件下使用的合成配料并生成了难溶的磷酸盐的配合剂。

本标准第4章规定了测定生胶、合成天然胶、异戊胶和胶乳中含有少量的填料(不超过10%):惰性的硅酸盐填料或任何一种配合剂,如:二氧化钛在实验条件下将形成一种难溶磷酸盐的配合剂。

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 15340 天然、合成生胶取样及制样方法(GB/T 15340—1994, idt ISO 1795:1992)

ISO 123:2001 橡胶胶乳 取样

ISO 124:1997 橡胶胶乳 总固体物含量的测定

ISO 4793:1980 实验室烧结(烧结玻璃料)过滤器 孔隙度分级、类别和牌号

3 一般方法

3.1 原理

在氯存在的情况下,用硫酸消化备用,接着与硝酸反应。这个过程在凯氏烧瓶中发生;如果硅酸盐存在,用硫酸和氢氟酸消化试样,那么硅会以四氟化硅形式挥发掉。氯不存在的情况下,橡胶在铂坩埚中灰化,用氟硼酸钠处理。后面的过程是,加高碘酸钠煮沸,锰被氧化成高锰酸盐,锰的含量通过在525 nm处的吸光度测定。

3.2 试剂

在分析过程中,尽可能使用分析等级的试剂,适用于痕量金属元素的分析,并只用稳定水(见3.2.5)。

3.2.1 氟硼酸钠

如果没有分析纯的氟硼酸钠,可按下面的试验步骤制备。于100 mL大约35℃的热水中溶解110 g工业氟硼酸钠,通过滤纸过滤,将溶液冷却到室温,在搅拌下加入100 mL的96%(体积分数)的乙醇,用带滤纸的布氏漏斗过滤,结晶沉淀滤于滤纸上,把沉淀物转移到瓷盘或玻璃皿上,在50℃真空下干燥。

3.2.2 高碘酸钠

3.2.3 硫酸, $\rho=1.84 \text{ Mg/m}^3$ (GB/T 625)。

3.2.4 硝酸, $\rho=1.42 \text{ Mg/m}^3$ (GB/T 626)。

3.2.5 稳定水

大约1 000 mL的水中加约0.1 g的高锰酸钾及数滴硫酸溶液,通过蒸馏装置蒸馏上述液体,弃掉