



中华人民共和国国家标准

GB/T 13253—2006
代替 GB/T 13253—1991

橡胶中锰含量的测定 原子吸收光谱法

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

(ISO 6101-4:1997, Rubber—Determination of metal content
by atomic absorption spectrometry—
Part 4: Determination of manganese content, MOD)

2006-12-07 发布

2007-06-01 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

本标准修改采用 ISO 6101-4:1997《橡胶 金属含量的测定 原子吸收光谱法 第 4 部分:锰含量的测定》(英文版)。

本标准代替 GB/T 13253—1991《硫化橡胶中金属含量的测定 火焰原子吸收光谱法 第 5 部分:锰含量的测定》。

本标准根据 ISO 6101-4:1997 重新起草,其技术性差异如下:

- 本标准适用范围由生胶、橡胶制品改为生胶、混炼胶及硫化胶,因为硫化胶包含橡胶制品,使适用范围更全面。
- 本标准中增加了浓度为 1+99 的盐酸溶液,用于稀释试液,避免浓度过高的盐酸溶液腐蚀仪器。
- 本标准所使用的容量瓶由 50 mL、100 mL、200 mL、500 mL 和 1 000 mL 改为 50 mL、100 mL 和 1 000 mL;移液管由 5 mL、10 mL、20 mL 和 50 mL 改为 2 mL、5 mL、10 mL 和 25 mL,因为在实际操作中只用到以上容量的容量瓶和移液管。
- 本标准不包括橡胶胶乳的锰含量的检测,因此删除了规范性引用文件 ISO 123:1985;实验室用瓷坩或石坩坩以及砂心漏斗均已经实现标准化生产,因此,删除了规范性引用文件 ISO 1772 和 ISO 4793;为了保证试验的一致性,增加了规范性引用文件 GB/T 17783。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性的修改:

本标准中密度、浓度、体积单位分别由 Mg/m^3 、 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ 、 cm^3 改为 g/mL 、 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 mL 。

本标准与 GB/T 13253—1991 相比主要变化如下:

- 本标准名称由原来的《硫化橡胶中金属含量的测定 火焰原子吸收光谱法 第 5 部分:锰含量的测定》改为《橡胶中锰含量的测定 原子吸收光谱法》;
- 本标准增加了使用水和试剂的纯度的规定(本版第 4 章);
- 本标准中标准溶液的配制用质量分数 $\geq 99.9\%$ 的电解锰代替高纯硫酸锰 ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (1991 年版的 3.4,3.7.1;本版的 4.8);
- 本标准盐酸溶液的配制用 $(1+2)(V_1+V_2)$ 代替原版的 $(1+7)(V_1+V_2)$ (1991 年版的 3.5;本版的 4.5);
- 本标准中试样的灰化温度由原版的 $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 改为 $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$,马福炉可控温度由原版的 $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 改为 $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ (1991 年版的 5.1.1,4.3;本版的 7.2.1,5.3);
- 本标准增加了附录 A“标准加入法”。

本标准的附录 A 是规范性附录。

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。

本标准起草单位:贵州轮胎股份有限公司。

本标准主要起草人:张红梅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13253—1991。

橡胶中锰含量的测定

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。使用者有责任采用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光谱法测定橡胶中锰含量的方法。

本标准适用于锰含量不低于 0.5 mg/kg 的生胶、混炼胶及硫化橡胶中锰含量的测定。锰含量低于 0.5 mg/kg 的样品,调整试样质量或试液浓度,也可以测定,或采用标准加入法。

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(GB/T 4498—1997,eqv ISO 247:1990)

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

GB/T 17783 硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验(GB/T 17783—1999, idt ISO 4661-2:1987)

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 中方法 A 将试样进行灰化。灰分用盐酸溶解,若有硅酸盐存在,则用硫酸和氢氟酸挥发除去。试样溶解后配成适当浓度的试液,以锰空心阴极灯作为光源,在 279.5 nm 波长下测定试液的吸光度。根据在相同条件下测定的锰标准曲线,计算试样中锰的含量。

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 盐酸: $\rho=1.18$ g/mL;

4.2 硫酸: $\rho=1.84$ g/mL;

4.3 丙酮;

4.4 氢氟酸:质量分数为 38%~40%;

4.5 盐酸溶液:1+2(V_1+V_2);

4.6 盐酸溶液:1+99(V_1+V_2);

4.7 硫酸溶液:1+3(V_1+V_2);

4.8 锰标准溶液:1 mg/mL

将几克质量分数 $\geq 99.9\%$ 的电解锰放入盛有(60~80)mL 的硫酸溶液(4.7)和 100 mL 水中除去表面的氧化锰,搅拌几分钟后,倾出溶液并向烧杯中注水,用水重复洗涤几次,然后将该锰金属放入丙酮(4.3)中,进行搅拌,倾出丙酮后在 100℃ \pm 5℃烘箱中干燥约 2 min,再放入干燥器中冷却。

称取 1 g 经纯化的电解锰,精确至 0.1 mg,溶解于少量硫酸溶液(4.7)中,将此溶液煮沸几分钟,冷