



中华人民共和国国家标准

GB/T 4500—2003
代替 GB/T 4500—1984

橡胶中锌含量的测定 原子吸收光谱法

Rubber—Determination of zinc content by atomic
absorption spectrometry

(ISO 6101-1:1991, Rubber—Determination of metal content
by atomic absorption spectrometry—
Part 1: Determination of zinc content, NEQ)

2003-01-10 发布

2003-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准对应于 ISO 6101-1:1991《橡胶中金属含量的测定 原子吸收光谱法 第一部分:锌含量的测定》,与 ISO 6101-1:1991 的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 4500—1984《硫化橡胶中锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法》,因为国际上的发展原标准在技术上已过时。

本标准根据 ISO 6101-1:1991 重新起草,其技术性差异及原因如下:

- a) 本标准适用对象用生胶、胶乳、混炼胶及硫化胶(本标准第 1 章)代替 ISO 6101-1:1991 的生胶、橡胶制品。因为硫化胶包含橡胶制品,使适用范围更全面;
- b) 本标准用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(本标准第 6 章)代替 ISO 6101-1:1991 的橡胶制品的取样。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 6101-1:1991 多引用了 GB/T 17783《硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验》(本标准第 2 章)。
- c) 本标准用盐酸溶液 1+100 ($V_1 + V_2$) 稀释代替盐酸溶液 1+2 ($V_1 + V_2$) 稀释试液(4.7, 7.1.2.2, 7.4)、配制系列标准溶液,因为盐酸溶液浓度过高易腐蚀仪器,浪费药品,而验证试验用 1+100 盐酸,试验结果完全不受影响。
- d) 系列标准溶液的配制,锌含量($\mu\text{g/mL}$)用 0、0.5、1.0、2.0、3.0 代替 0、0.5、1.0、2.0、5.0 (7.3.1),这是根据仪器的灵敏度选择出系列标准溶液的浓度范围。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

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

本标准与前一版本相比主要变化如下:

- a) 标准名称有变化,原名称为:《硫化橡胶中锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法》;
- b) 本标准的适用范围扩大,增加了生胶与硫化橡胶,锌的质量分数由 0.1%~3.0%改为 0.05%以上(1984 年版的范围部分,本版的 1);
- c) 配制标准溶液用锌的质量分数 $\geq 99.9\%$ 的纯锌代替含量 $\geq 99.999\%$ 的纯锌(1984 年版的 2.5,本版的 4.7);
- d) 系列标准溶液浓度有所改变,锌含量($\mu\text{g/mL}$)由 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 改为 0、0.5、1.0、2.0、3.0(1984 年版的 6.3.1,本版的 7.3.1);
- e) 增加了附录 A“标准加入法”。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由原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(TC 35/SC11)归口。

本标准负责起草单位:中橡集团北京橡胶工业研究设计院、桦林轮胎股份有限公司。

本标准主要起草人:康力、肖秀梅、苏桂君、李文东、玄美子。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4500—1984。

橡胶中锌含量的测定 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

本标准规定了原子吸收光谱法测定橡胶中锌含量的方法。

本标准适用于锌的质量分数为 0.05% 以上的生胶、混炼胶及硫化橡胶。锌的质量分数低于 0.05% 的样品,调整试样质量或试液浓度,也可以测定。

对锌含量较低的样品,建议采用标准加入法测定。

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。凡是注明日期的引用文件,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。凡是不注明日期的引用文件,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)

3 原理

试样在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下进行灰化。将灰分溶解于盐酸溶液中,以锌空心阴极灯做发射光源,用原子吸收光谱仪,在波长 213.8 nm 处进行测定。如含有硅化合物应采用硫酸和氢氟酸除硅。

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: $\rho=1.84\text{ g/mL}$;

4.2 盐酸溶液:1+2(V_1+V_2);

4.3 盐酸溶液:1+100(V_1+V_2);

4.4 氢氟酸:质量分数为 38%~40%;

4.5 硝酸: $\rho=1.42\text{ g/mL}$;

4.6 硝酸溶液:1+1(V_1+V_2);

4.7 锌标准溶液(1 mg/mL);

称取 1.000 0 g 纯锌粉(质量分数 $\geq 99.9\%$),溶于少量盐酸溶液(4.2)中,冷却后转移到 1 000 mL 的容量瓶中,用盐酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀。

4.8 锌标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$);

吸取 10 mL 锌标准溶液(4.7)于 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀。此标准溶液现用现配。

5 仪器

一般实验室常用仪器和以下装置:

- 5.1 原子吸收光谱仪；
- 5.2 天平：分度值为 0.1 mg；
- 5.3 高温炉：可控制温度在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ ；
- 5.4 玻璃砂芯漏斗：50 mL G_3 ；
- 5.5 铂坩埚：50 mL；
- 5.6 铂棒或聚四氟乙烯棒；
- 5.7 电热板或水浴。

6 取样

- 6.1 生胶按 GB/T 15340 的规定执行；
- 6.2 混炼胶参照 GB/T 17783 的规定执行；
- 6.3 硫化橡胶按 GB/T 17783 的规定执行。

7 分析步骤

7.1 试液的制备

7.1.1 试样的灰化

7.1.1.1 称取 0.1 g 剪细的试样(精确至 0.1 mg)，置于容量合适的瓷坩埚中，按 GB/T 4498 A 法在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灰化完全。

7.1.1.2 含卤素的橡胶，称取 0.1 g(精确至 0.1 mg)剪细的试样置于 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL~15 mL 硫酸，适当加热至试样分解。稍冷后，加入 5 mL 硝酸，继续加热至试样完全分解，没有白色烟雾逸出。若试样飞溅严重时，应改用容量较大的锥形瓶。

用 15 mL 硝酸溶液，分数次将内容物转入瓷坩埚中。在电热平板或水浴上蒸干，移入高温炉，在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灰化完全。

7.1.2 灰分的溶解

7.1.2.1 小心地加入 20 mL 盐酸溶液(4.2)到灰分中，进行溶解(注意碳酸盐分解引起的飞溅和起泡)，再用 50 mL 盐酸溶液(4.2)分次把溶液和残渣移入烧杯中，加热 30 min，若残余物全部溶解，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(4.3)稀释至刻度，摇匀。

7.1.2.2 若灰分不能完全溶解，则需重新称样，放入铂坩埚中，按 7.1.1.1 或 7.1.1.2 进行。冷却后，加入几滴硫酸，在通风橱里用电热板或水浴加热至白烟。稍冷后加 3 滴硫酸和 5 mL 氢氟酸，加热，蒸发至干，加热时不断用铂棒或聚四氟乙烯棒搅拌，按此步骤重复两次。待试样冷却至室温，加 30 mL 盐酸溶液(4.2)用砂芯漏斗过滤，以盐酸溶液(4.2)洗涤。将滤液和洗涤液合并于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(4.3)稀释至刻度，摇匀。

7.2 空白溶液的制备

按 7.1 步骤制备空白溶液。

7.3 标准曲线的绘制

7.3.1 系列标准溶液的制备：按表 1 所列的体积，将锌标准溶液(4.8)分别加入到五个 100 mL 的容量瓶中，用盐酸溶液(4.3)稀释至刻度，摇匀。

系列标准溶液应现用现配。

表 1 标准溶液的配制

锌标准溶液的体积/mL	溶液中锌含量/($\mu\text{g/mL}$)
30	3.0
20	2.0

表 1(续)

锌标准溶液的体积/mL	溶液中锌含量/(μg/mL)
10	1.0
5	0.5
0	0

注：根据仪器的灵敏度来选择锌系列标准溶液的浓度范围。

7.3.2 系列标准溶液吸光度的测定：启动原子吸收光谱仪，使仪器充分稳定，将波长调至 213.8 nm 处，选择仪器最佳测试条件。

按顺序吸入锌标准溶液，测其吸光度。测定标准溶液、空白溶液和试样溶液时，吸液速度应保持恒定。每测一次，须吸水清洗燃烧器。

7.3.3 绘制标准曲线：以锌标准溶液的浓度(μg/mL)为横坐标，以相应的经过空白校正过的锌标准溶液的吸光度为纵坐标作图，即得标准曲线。

7.4 试液吸光度的测定

按 7.3.2 确定的测试条件，每种试液测两次，在相同条件下做空白试验。

如果试液的吸光度大于锌标准溶液的最大吸光度，可用盐酸溶液(4.3)适当稀释，使试液的吸光度落在标准曲线的线性范围内，然后再测其吸光度。

注：为提高分析结果的准确性，可采用标准加入法(见附录 A)。

8 结果的表示

8.1 试样的锌含量以质量分数(w_1)表示，若直接从标准曲线图中查出试液的锌浓度，按式(1)计算：

$$w_1(\%) = \frac{\rho_1 - \rho_b}{m \times 100} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_1 ——从标准曲线中读出的试液锌浓度，单位为毫克每毫升(μg/mL)；

ρ_b ——从标准曲线中读出的空白溶液锌浓度，单位为毫克每毫升(μg/mL)；

m ——试样质量，单位为克(g)；

f ——稀释系数。

注：若锌含量以氧化锌表示，其结果乘以 1.245。

8.2 如果试液的吸光度保持在标准曲线线性范围内，试样的锌含量以质量分数(w_2)表示，按式(2)计算：

$$w_2(\%) = \frac{\rho_1' - \rho_b'}{m \times 100} \times f \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\rho_1' = \frac{A_1 \rho_n}{A_n}$$

$$\rho_b' = \frac{A_b \rho_n}{A_n}$$

式中：

ρ_1' ——试液中锌的含量，单位为毫克每毫升(μg/mL)；

ρ_b' ——空白溶液中锌的含量，单位为毫克每毫升(μg/mL)；

A_1 ——试液的吸光度；

A_b ——空白溶液的吸光度；

A_n ——最接近于试液的标准溶液的吸光度；

ρ_n ——与 A_n 对应的锌标准溶液的锌浓度，单位为毫克每毫升(μg/mL)；

m ——试样质量,单位为克(g);

f ——稀释系数。

8.3 试样的锌质量分数大于或等于 0.1% 时,以百分数表示,若质量分数小于 0.1% 时,以 mg/kg 表示。

注:1% 相当于 10^4 mg/kg。

8.4 试验结果由两次测定平均得出,锌的含量以质量分数表示时,准确到两位小数,以 mg/kg 表示时,准确到整数。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本国家标准编号;
- b) 取样方法;
- c) 仪器的类型(火焰、石墨炉分光光度计);
- d) 试验结果;
- e) 在试验中出现的任何异常情况;
- f) 试验人员和试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
标准加入法

为了提高锌含量较低的样品试验的准确性,可采用标准加入法测定锌含量。
可按下述步骤做标准加入法:从准备的试液(7.1)中,取相同体积四份。其中三份加入已知的但不同体积的锌标准溶液(4.6)。稀释到相同体积,分别测定四份溶液的吸光度。以溶液的浓度为 X 轴($\mu\text{g/mL}$),吸光度为 Y 轴,延长直线与 X 轴相交(吸光度为 0)时,在与 X 轴相交点处读出试液的锌浓度,计算试液中的锌含量。见图 A.1 标准加入法图例。

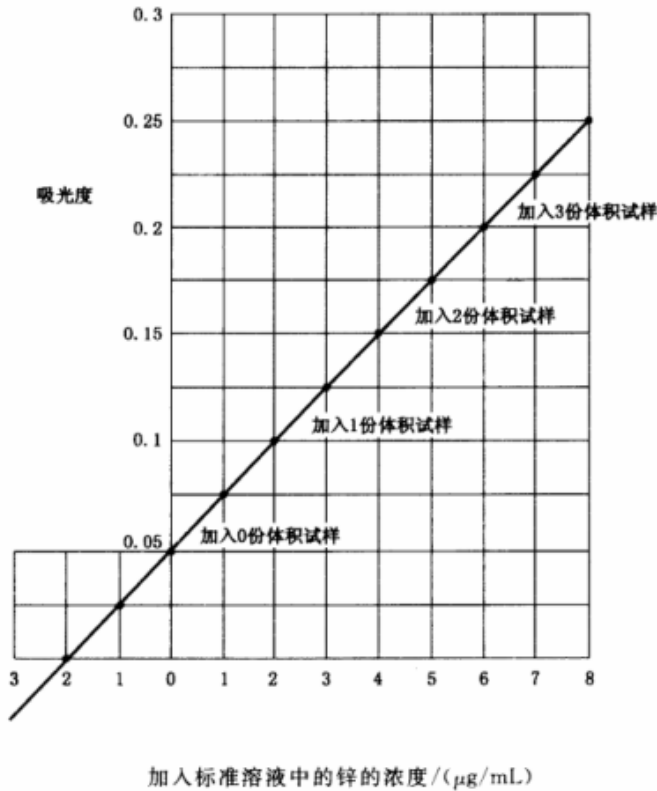


图 A.1 标准加入法图例