



中华人民共和国国家标准

GB/T 7043.1—2001
eqv ISO 6101-3:1997

橡胶中铜含量的测定 原子吸收光谱法

Rubber—Determination of copper content
by atomic absorption spectrometry

2001-08-28 发布

2002-05-01 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

本标准是等效采用国际标准 ISO 6101-3:1997《橡胶中金属含量的测定 原子吸收光谱法 第三部分:铜含量的测定》,对国家标准 GB/T 7043—1986《硫化橡胶中金属含量的测定 火焰原子吸收光谱法 第二部分:铜含量的测定》修订而成。

本标准与 ISO 6101-3:1997 的主要差异:

- 灰化温度由 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 改为 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 或 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。
- 由 1+2 盐酸溶液稀释试液、配制标准系列溶液改为用蒸馏水稀释。

本标准与 GB/T 7043—1986 的主要差异:

- 配制标准溶液用含量 $\geq 99.9\%$ 的电解铜代替含量 $\geq 99.999\%$ 的高纯铜。
- 溶解铜片用 $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$ 体系代替硝酸。
- 标准溶液系列浓度扩大了范围。
- 增加了生胶试样的取样与制样方法。
- 增加了附录 A(标准加入法)。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 7043—1986。

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。

本标准负责起草单位:中橡集团北京橡胶工业研究设计院。

本标准参加起草单位: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。

本标准于 1986 年 11 月首次发布。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国标准团体(ISO 成员团体)的世界性联合机构。制定国际标准的工作通过 ISO 各技术委员会进行。凡对已建立技术委员会的项目感兴趣的成员团体均有权参加该技术委员会。凡与 ISO 有联系的政府和非政府的国际组织,也可参加此项工作。在电工技术标准化的所有方面,ISO 与国际电工技术委员会(IEC)密切合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,要发给各成员团体进行投票。作为国际标准发布时,要求至少有 75%投票的成员团体投赞成票。

国际标准 ISO 6101-3:1997 由 ISO/TC45 橡胶和橡胶制品技术委员会制定。

国际标准 ISO 6101 在原子吸收光谱法测定橡胶中的金属含量总标题下,包含如下内容:

- 第 1 部分:锌含量测定
- 第 2 部分:铅含量测定
- 第 3 部分:铜含量测定
- 第 4 部分:锰含量测定
- 第 5 部分:铁含量测定

附录 A 为本标准 ISO 6101-3 的一个组成部分。

中华人民共和国国家标准

橡胶中铜含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 7043.1—2001
eqv ISO 6101-3:1997

Rubber—Determination of copper content
by atomic absorption spectrometry

代替 GB/T 7043—1986

警告：使用本标准的人员应熟悉正规实验室操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。制定相应的安全和健康制度并确保符合国家有关法规是使用者的责任。

1 范围

本标准规定了原子吸收光谱法测定橡胶中铜含量的方法。

本标准适用于铜含量在 1 mg/kg 以上的生胶及橡胶制品。铜含量低于 1 mg/kg 的样品，调整试样质量或试液浓度，也可以测定。

对铜含量较低的样品，也可以采用标准加入法测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 4498—1997 橡胶 灰分的测定 (eqv ISO 247:1990)

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

3 原理

试样在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 或 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下进行灰化^{1]}。将灰分溶解于盐酸中，以铜空心阴极灯做发射光源，用原子吸收光谱仪，在波长 324.7 nm 处进行测定。如含有任何硅酸盐应采用硫酸和氢氟酸除硅。

4 试剂

在实验过程中，除特殊规定外，只应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 盐酸： $\rho = 1.18 \text{ g/mL}$ 。

4.2 硫酸： $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

4.3 氢氟酸： $\rho = 1.13 \text{ g/mL}$ 、38%~40% (m/m)。

4.4 过氧化氢溶液 30% (m/m)。

4.5 铜标准溶液

4.5.1 铜标准溶液 (1 mg/mL)：称取 1.000 0 g 电解铜 (纯度 $\geq 99.9\%$)，精确到 0.1 mg，溶于 50 mL 盐酸中。边搅拌边缓慢滴加 15 mL 过氧化氢溶液，防止沸腾。在水浴上加热至铜溶解完全，待过氧化氢全部分解，冷却后转移到 1 000 mL 的容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

采用说明：

1] ISO 6101-3:1997 中为 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

4.5.2 铜标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$):吸取 10 mL 铜标准溶液(4.5.1)于 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

此标准溶液现用现配。

5 仪器

一般实验室仪器和以下装置:

- 5.1 原子吸收光谱仪;
- 5.2 天平:分度值 0.1 mg;
- 5.3 马福炉:可控制在 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$; ¹⁾
- 5.4 玻璃砂芯漏斗:G3;
- 5.5 电热板或砂浴;
- 5.6 水浴;
- 5.7 铂棒或聚四氟乙烯棒;
- 5.8 铂坩埚(或聚四氟乙烯坩埚)50 mL~150 mL。

6 取样

- 6.1 生胶、合成胶按 GB/T 15340 的规定操作取样。
- 6.2 混炼胶、橡胶制品选取有代表性的样品剪成不大于 0.1 g 的颗粒。

7 分析步骤

7.1 试液的制备

7.1.1 试样的灰化:称取约 10 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—1997 A 法在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灰化。如果试样炭黑含量较高,在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灰化一段时间后,可升至 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 继续灰化,直至碳质完全除去。

7.1.2 灰分的溶解:试样灰化后冷却至室温,加 20 mL 盐酸,在水浴上加热约 15 min,加热时注意不要让溶液沸腾。灰分溶解后,冷却至室温,将溶液转移至 50 mL 的容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

若灰分不能完全溶解,须按下列步骤操作:用水将溶液及残渣转移到铂坩埚(或聚四氟乙烯坩埚)中,在水浴上蒸发近干,然后加几滴硫酸和 5 mL 氢氟酸,在通风橱里用电热板或沙浴加热,蒸发至干,加热时不断用铂棒或聚四氟乙烯棒搅拌。按此步骤重复两次以上。待试样冷却至室温,加 20 mL 盐酸,加热 10 min,冷却后用水将溶液转移到 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

若有不溶物,测定前用玻璃砂芯漏斗过滤。

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 标准系列溶液的制备:按表 1 所列的体积,将铜标准溶液(4.5.2)分别加入到五个 100 mL 的容量瓶中,用水²⁾稀释至刻度,摇匀。

采用说明:

1) ISO 6101-3:1997 中为 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

2) ISO 6101-3:1997 中为 1+2 盐酸。

表 1 标准溶液的配制

铜标准溶液的体积, mL	溶液中铜含量, $\mu\text{g/mL}$
50	5
20	2
10	1
5	0.5
0	0

注: 标准系列溶液应现用现配

7.3.2 标准系列溶液吸光度的测定: 启动原子吸收光谱仪, 使仪器充分稳定, 将波长调至 324.7 nm 处, 选择仪器最佳测试条件。

按顺序吸入铜标准溶液, 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: 以铜标准溶液的浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标, 以相应的经过空白校正过的铜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, 在相同条件下作空白试验。

如果试液的吸光度大于铜标准溶液的最大吸光度, 可用水¹⁾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(标准的附录)]

8 结果的表示

8.1 试样的铜含量以质量百分数(X)表示, 若直接从标准曲线图中查出试液的铜浓度, 按式(1)计算:

$$X = \frac{\rho_t - \rho_b}{200m} \times f \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: ρ_t ——从标准曲线中读出的试液铜浓度, $\mu\text{g/mL}$;

ρ_b ——从标准曲线中读出的空白溶液铜浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试样质量, g;

f ——稀释系数。

8.2 试样的铜含量以质量百分数(X)表示, 按式(2)计算:

$$X = \frac{\rho_t - \rho_b}{200m} \times f \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: ρ_t ——试液中的铜浓度, $\mu\text{g/mL}$;

$$\rho_t = \frac{A_t \times \rho_a}{A_a}$$

ρ_b ——空白溶液中的铜浓度, $\mu\text{g/mL}$;

$$\rho_b = \frac{A_b \times \rho_a}{A_a}$$

A_t ——试液的吸光度;

A_b ——空白溶液的吸光度;

A_a ——最接近于试液的标准溶液的吸光度;

采用说明:

1) ISO 6101-3:1997 中为 1+2 盐酸。

ρ_a ——与 A_a 对应的铜标准溶液的铜浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试样质量, g ;

f ——稀释系数。

8.3 试样的铜含量大于或等于 0.1%, 以百分数表示, 若小于 0.1%, 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, 铜的含量以百分数表示时, 准确到两位小数, 以 mg/kg 表示时, 准确到整数。

同一实验室二次平行测定结果之相对偏差不大于 10%。

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
(标准的附录)
标准加入法

为了提高铜含量较低的样品试验的准确性,可采用标准加入法测定铜含量。

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铜标准溶液(4.5)。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,延长直线到与 x 轴相交(吸光度为 0)时,在与 x 轴相交点处读出试液的铜浓度,计算试样的铜含量。见图 A1 标准加入法图例。

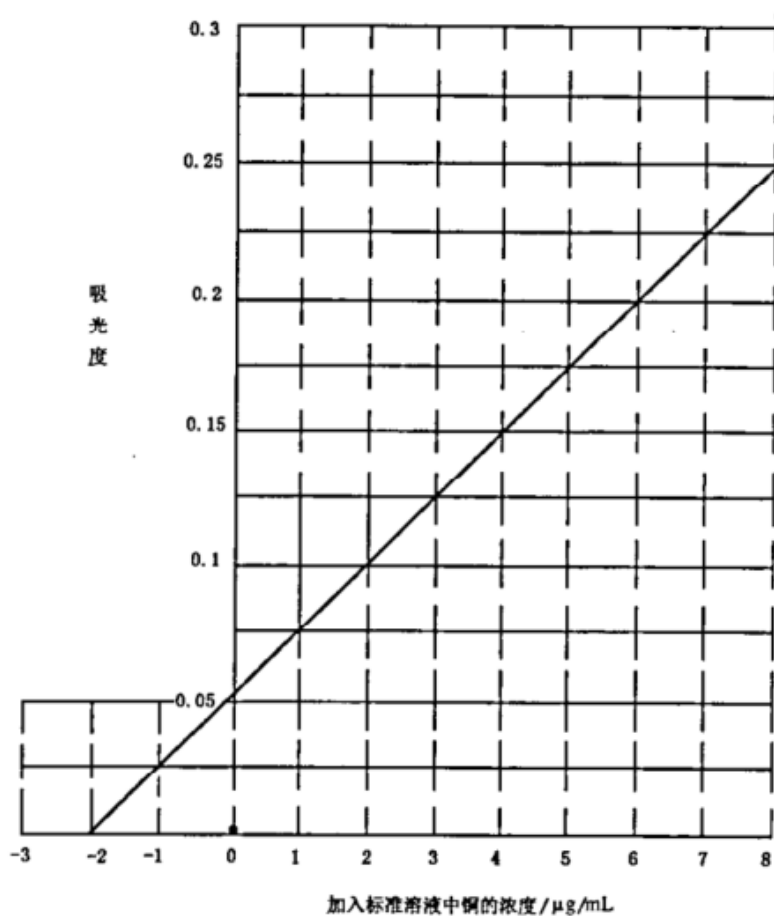


图 A1 标准加入法图例

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡胶中铜含量的测定
原子吸收光谱法
GB/T 7043.1—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 11 千字
2002年2月第一版 2002年2月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号:155066·1-18056

网址 www.bzcbs.com

*

科 目 594—526

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 7043.1—2001