



中华人民共和国国家标准

GB/T 8295—2008
代替 GB/T 8295—1987

天然橡胶和胶乳 铜含量的测定 光度法

Natural rubber and latex—Determination of copper content—
Photometric method

(ISO 8053:1995, Rubber and latex—Determination of copper content—
Photometric method, MOD)

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

本标准修改采用 ISO 8053:1995《橡胶和胶乳 铜含量的测定 光度法》(英文版)。

本标准根据 ISO 8053:1995 重新起草。

本标准与 ISO 8053:1995 相比主要差异如下：

——本标准仅适用于天然生胶和胶乳以及以它们为原料的胶料中微量铜含量的测定，删去了与此无关的部分。

本标准代替 GB/T 8295—1987《天然胶乳 铜含量的测定》。

本标准与 GB/T 8295—1987 的主要差异如下：

——采用的国际标准不同，由于 GB/T 8295—1987 参照采用的 ISO 1654:1971《生胶和胶乳 铜含量的测定》已被废止，本标准修改采用 ISO 8053:1995。

——适用范围扩大到包括天然生胶和胶乳以及以它们为原料的胶料中微量铜含量的测定。

——GB/T 8295—1987 原理中的铜络合物用乙酸丁酯提取，本标准原理中的铜络合物用 1,1,1-三氯乙烷提取。

——使用的部分试剂及配制过程不同。

——GB/T 8295—1987 中规定使用 72-1 型分光光度计，本标准不规定分光光度计的型号，只规定光度计使用的波长。

——使用的铜标准溶液由 0 mL、0.25 mL、0.5 mL、0.75 mL、1.00 mL、1.25 mL、1.50 mL，改为 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，这样更易于操作和减少操作误差。

——试验结果由三次测定的平均值改为二次测定的平均值。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会天然橡胶分技术委员会(SAC/TC 35/SC 8)归口。

本标准负责起草单位：中国热带农业科学院农产品加工研究所。

本标准主要起草人：张北龙、周慧玲、陈成海、黄茂芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 8295—1987。

天然橡胶和胶乳 铜含量的测定

光度法

警告——使用本标准的人员应该熟悉正规实验室的操作规程。本标准无意涉及因使用本标准可能出现的所有安全问题。使用者制定相应的安全和健康细则,并确保符合国家有关法规规定。

1 范围

本标准规定了天然生胶和胶乳以及以它们为原料的胶料中微量铜含量的测定方法——光度法。
本标准适用于天然生胶、胶乳和这些橡胶胶料中微量铜含量的测定。

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和最新版本。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 8290 天然浓缩胶乳 取样(GB/T 8290—1987,eqv ISO 123:1985)

GB/T 8298 浓缩天然胶乳 总固体含量的测定(GB/T 8298—2001,eqv ISO 124:1997)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042:1983)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991,eqv ISO 648:1977)

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法(GB/T 15340—2008,ISO 1795:2000,IDT)

3 原理

橡胶样品在浓硫酸和浓硝酸的混合液中灰化或消化,再用柠檬酸铵除去过量的钙(如存在的话)并与存在的铁络合。待溶液碱化后,将该水溶液与二乙基二硫代氨基甲酸盐的1,1,1-三氯乙烷溶液一起摇动以提取黄色的铜络合物。最后用分光光度法测定此溶液,并将结果与标准对比溶液比较,进而定量地测定铜的含量。

4 试剂

所用的试剂都应确认为分析纯试剂,所用的水只能是蒸馏水或纯度与之相当的水。

4.1 无水硫酸钠

4.2 浓硫酸

$\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.3 浓硝酸

$\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

4.4 盐酸和硝酸的混合液

将2体积盐酸($\rho=1.18\text{ g/mL}$)、1体积硝酸、3体积水混合在一起。

4.5 过氧化氢

30%。

4.6 氨水

$\rho=0.890\text{ g/mL}$ 。

4.7 盐酸

$c(\text{HCl})=5\text{ mol/L}$

4.8 氢氟酸

$\rho=1.13\text{ g/mL}$ 。

4.9 柠檬酸溶液

50 g 柠檬酸溶于 100 mL 水中。

4.10 二乙基二硫代氨基甲酸锌试剂

将 1 g 固体二乙基二硫代氨基甲酸锌溶解在 1 000 mL 的 1,1,1-三氯乙烷中。如买不到二乙基二硫代氨基甲酸锌,可用下法制备,即在水中溶解 1 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠,加入 2 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,在分液瓶中与 100 mL 1,1,1-三氯乙烷摇荡以提取生成的二乙基二硫代氨基甲酸锌。分出 1,1,1-三氯乙烷层,再用 1,1,1-三氯乙烷稀释至 1 000 mL。该试剂存放在棕色玻璃瓶中可保持稳定 6 个月。

4.11 铜标准溶液

4.11.1 铜标准贮备溶液:制备方法为称取 0.393 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 放在小烧杯中,用水溶解。加 3 mL 浓硫酸(4.2),将溶液移入 1 000 mL 容量瓶(5.6)中,用水稀释至刻度即成贮备液。此时铜标准贮备溶液的浓度为 0.1 mg/mL。

4.11.2 铜标准使用溶液:吸取 10 mL 贮备液(4.11.1)置于 100 mL 的容量瓶(5.6)中,用水稀释至刻度。该稀释液 1 mL 含铜 10 μg 。

铜标准使用溶液使用时由贮备液新鲜配制。

4.12 氧化镁

4.13 石蕊试纸

4.14 滤纸

耐酸的硬化纸。

5 设备

普通的实验室仪器以及以下仪器、设备。

5.1 光度计或分光光度计

可在 435 nm 测量吸光度,并配有通常为 10 mm 光径的匹配池。

5.2 凯氏烧瓶

容量为 100 mL 的石英玻璃瓶或硼硅玻璃瓶。

5.3 瓷、石英或铂制的坩埚或碟

小试样用容量为 50 mL 的坩埚或碟,大试样要用容量大些的。

瓷或石英器皿(尤其是已蚀刻的)应使用约 0.1 g 氧化镁(4.12)覆盖底部和侧壁的下面部分,从而使铜被蚀刻的器皿壁和填料(如存在的话)吸收的可能性减少到最低程度,这时铜则优先被氧化镁吸收。铂器皿不需要用氧化镁处理。

5.4 吸管

25 mL,应符合 GB/T 12808 的技术要求。

5.5 天平

精确至 0.1 mg。

5.6 单标容量瓶

100 mL 和 1 000 mL,应符合 GB/T 12806 的技术要求。

5.7 电热板或燃气沙浴

5.8 铂棒

作搅拌用。

6 取样

6.1 生胶应按 GB/T 15340 规定的方法取样和制备样品。

6.2 胶乳应按 GB/T 8290 规定的方法之一取样,按 GB/T 8298 规定的方法测定总固体含量。将待测胶乳倒进平底皿中,并将平底皿放入烘箱使其水平放置,在 $70^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 加热干燥至恒重,制成待测的干胶膜。

6.3 所取的混合胶样要能够代表样品。

7 操作步骤

注意:使用本标准进行试验时,应遵守痕量金属分析时的一切预防和安全措施。

应进行双份测定。

7.1 可用开炼机(见 7.1.1)和(或)用剪碎(见 7.1.2)的方法制备固体试样。

7.1.1 样品用实验室开炼机在 0.5 mm 辊距下薄通 6 次,每次通过后将橡胶卷成圆柱形,在下次薄通时将该圆柱形橡胶的一端对着辊筒送入开炼机。

7.1.2 将样品剪成不超过 0.1 g 的小片。

7.1.3 从 6.1、6.2、6.3 所取样品和按 7.1 制备的固体类样品中称取 2 g~10 g 试料。

试料量应根据试样的含铜量而定,应选择吸光度读数为 0.3~0.8 吸光度单位的试料量;如果试料铜含量极低,则应选择吸光度读数至少为空白吸光度读数的 10 倍的试料量。适当的试料量在很大程度上取决于以往的经验。

7.2 测量铜时,可用灰化法(7.2.1)或酸硝化法(7.2.2)使试料分解。如果橡胶中含有氯,则应使用酸硝化法(7.2.2)。

7.2.1 按 GB/T 4498 规定的方法 A 或方法 B 进行灰化。灰化后,用 0.5 mL~1 mL 的水湿润坩埚里的灰分,然后加 10 mL 混合酸(4.4),用玻璃表面皿盖住,在约 100°C 加热 30 min~60 min。如灰分全部溶解,将溶液定量地移入小锥形瓶中,再按 7.3 进行操作。

如灰分没有全部溶解,或已知有硅酸盐存在,则应按下法进行操作:用新的试料和铂坩埚按 GB/T 4498 规定的方法 A 或方法 B 重新进行灰化,灰化后加入几滴硫酸(4.2)并加热至发烟。冷却后再加入 3 滴硫酸和 5 mL 氢氟酸(4.8),在电热板或沙浴(5.7)上加热蒸发至干,同时用铂棒(5.8)搅拌。重复该步骤二次或直至所有的硅酸盐都已除去。

冷却后用 0.5 mL~1 mL 的水湿润坩埚里的灰分,在加 10 mL 的混合酸(4.4),用玻璃表面皿盖住,在约 100°C 加热 30 min~60 min。将溶液定量地移入小锥形瓶中,再按 7.3 进行操作。

7.2.2 用 4 mL 硫酸(4.2)和 3 mL 硝酸(4.3)在凯氏烧瓶(5.2)中消化试料,将烧瓶加热使反应开始。

注:7.2.2 中所用试剂量是对 2 g 试料而言。如果试料用量较多,则用酸量也相应多些。

7.2.2.1 如果反应太激烈,可将烧瓶放在装有冷水的烧杯中冷却。一旦起始的反应平静下来立即将混合物缓慢加热直至激烈反应停止,然后加大火至混合物变黑。分几次加硝酸,每次加 1 mL,加酸后加热,直至混合物变黑。重复此操作直至溶液变成无色或浅黄色,并且继续加热也不再变黑为止。如果消化时间延长,为防止瓶里的混合物固化,可加约 1 mL 硫酸。为了分解全部有机物,可将混合物冷却并加 0.5 mL 过氧化氢(4.5)和 2 滴硝酸,再加热溶液至发烟。反复加过氧化氢和酸及加热,直至溶液的颜色不再变淡为止。冷却溶液,用 10 mL 水稀释并蒸发至发烟。最后让溶液冷却并加入 5 mL 水。

7.2.2.2 如果此时试液中不再有不溶物,可将硝化液移入锥形瓶中,再用水洗涤凯氏烧瓶三次,每次用 5 mL 水,将洗涤水也加入锥形瓶中。但是,如果试液含有不溶物,则应把上层清液通过一小块滤纸过滤到锥形瓶中,尽可能把不溶物留在凯氏烧瓶中。加 5 mL 盐酸(4.7)到凯氏烧瓶中,加热溶液至开始沸腾,并用力旋动以洗涤瓶壁,然后把瓶里的溶液倒入过滤器,将滤液收集于锥形瓶中,再用水漂洗凯氏烧瓶三次,每次用 5 mL 水,将洗涤水也加入锥形瓶中。

7.3 加 5 mL 柠檬酸溶液(4.9)于锥形瓶的溶液中,冷却时若溶液保持清亮,则逐滴加入氨水(4.6)中和试液,用一小片石蕊试纸测试。但是,若冷却时硫酸钙从溶液中结晶出来,则将瓶及试液放于约 10℃ 下冷却,再将试液过滤到另一个锥形瓶中,用冰冷水洗涤及过滤三次,每次用 2 mL 水,然后用氨水(4.6)中和。可将溶液浸在流水中冷却,然后移入分液漏斗中,再加 2 mL 氨水,用水稀释至约 40 mL。用吸管吸取 25 mL 二乙基二硫代氨基甲酸锌试剂(4.10)加入试液中,摇动分液漏斗 2 min。分离后立即将 1,1,1-三氯乙烷层抽入内装约 0.1 g 无水硫酸钠的用塞子塞住的瓶里。如停放约 30 min 后试液仍浑浊,则再分几次加入少量的无水硫酸钠,直至溶液清亮为止。

7.4 将 1,1,1-三氯乙烷溶液通过一团玻璃棉或一张滤纸过滤到光度计或分光光度计的样品池中,以 1,1,1-三氯乙烷溶液作参比,在绘制校准曲线(见第 8 章)时用相同波长下测量溶液的吸光度。减去空白溶液的吸光度以校正读数。

7.5 不加试料(见 7.4),用同样的制备方法和试剂量进行空白测定。空白值不应大于 2 mg/kg。

8 校准曲线的绘制

8.1 制备一系列的标准溶液,每个标准溶液中均有 5 mL 硫酸(4.2),用水稀释至 10 mL。

在这些溶液中分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL(相当于 0 μg、20 μg、40 μg、60 μg、80 μg、100 μg 铜)的铜标准使用溶液(4.11.2),接着加入 5 mL 柠檬酸溶液(4.9),再逐滴加入氨水(4.6),直至用石蕊试纸(4.13)测得溶液正好呈碱性为止。冷却溶液,分别将这些溶液移入分液漏斗,再加 2 mL 氨水,用吸管(5.4)在每个溶液中加入 25 mL 二乙基二硫代氨基甲酸锌试剂(4.10),摇动 2 min。分离后立即将 1,1,1-三氯乙烷层抽入内装约 0.1 g 无水硫酸钠的用塞子塞住的瓶里。如停放约 30 min 后溶液仍浑浊,则再加少量的无水硫酸钠。

如用氧化镁来灰化试料(5.3),则各标准溶液中的氧化镁用量都应相同。

8.2 将每一个 1,1,1-三氯乙烷溶液通过一团玻璃棉或一小张滤纸(4.14)过滤到光度计或分光光度计(5.1)的样品池中,在最大吸收波长(约 435 nm)处测量吸光度,以 1,1,1-三氯乙烷溶液作参比。减去不加铜的溶液的吸光度以校正读数。

8.3 将测得的每个溶液的读数与相应的铜浓度坐标绘制校准曲线。校准曲线应根据当地条件和所用仪器类型定期检查。

9 试验结果

利用校准曲线,从相应的校正读数测出铜的浓度,从而计算出试料的铜含量。

试样中铜的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——试样中铜的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m——试样的质量,单位为克(g);

A——测试溶液中铜的质量,单位为微克(μg)。

取两次测定值的平均数作为试验结果,结果保留两位有效数字。

10 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 本标准的引用标准;
- b) 标记所测样品的详细说明;
- c) 采用的灰化方法;

- d) 是否用氢氟酸处理；
 - e) 试验结果和单位的表示方法；
 - f) 在测定时注意到的不正常现象；
 - g) 没有包括在本标准内或本标准的引用标准内的任何操作，以及认为是非强制性的操作；
 - h) 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
天然橡胶和胶乳 铜含量的测定
光度法

GB/T 8295—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

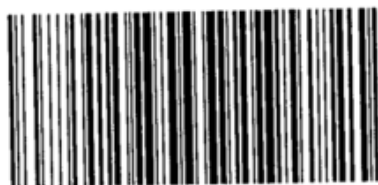
*

书号:155066·1-32475 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 8295-2008