



中华人民共和国国家标准

GB/T 11202—2003
代替 GB/T 11202—1989

橡胶中铁含量的测定 1,10-菲啰啉光度法

**Rubber—Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline photometric method**

(ISO 1657:1986, Rubber, raw and rubber latex—
Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline photometric method, NEQ)

2003-01-10 发布

2003-07-01 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

本标准对应于国际标准 ISO 1657:1986《生胶和胶乳 铁含量的测定 1,10-菲罗啉光度法》，与 ISO 1657:1986 的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 11202—1989《橡胶中铁含量的测定 1,10-菲罗啉光度法》，因为国际上的发展原标准在技术上已过时。

本标准根据 ISO 1657:1986 重新起草，其技术性差异及原因如下：

- 本标准适用范围用生胶、混炼胶和硫化橡胶代替 ISO 1657:1986 的生胶和胶乳(1)；适用范围增加了，使本标准应用更广泛。
- 本标准删去 ISO 1657:1986 有关胶乳中铁含量的测定内容(1)，因为胶乳的铁含量的测定另有国家标准 GB/T 8289—2000，有关胶乳中铁含量的测定内容及引用标准(2)本标准不涉及。
- 本标准增加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(7)。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 6101-5:1990 多引用了 GB/T 17783《硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验》(2)。
- 本标准增加了有关残渣的除硅方法(8.1)。并为除硅在“试剂”一节中增加“氢氟酸、硫酸、盐酸溶液”(4)，这样可以排除试样中含硅化合物的干扰，减少系统误差，提高测试精度。
- 本标准用高温炉能控制的温度 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 或 $950^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 代替 ISO 6101-5:1990 的 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ (5.3, 8.1)。因为有时在 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 不能灰化完全，须在 $950^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 才能灰化完全。

为便于使用，本标准还做了下列编辑性修改：

- 体积单位由 ISO 的 cm^3 改为 mL；
- 分析步骤叙述编排上与 ISO 略有不同。

本标准与前一版本相比主要变化如下：

- 配制标准溶液的试剂由“高纯铁粉(纯度质量分数 99.99%)”改为“六水合硫酸亚铁按(纯度质量分数 99.9%)”(1989 年版的 4.8；本版的 4.7)；
- 在引用标准部分，增加引用了 GB/T 17783《硫化橡胶样品和试样的制备 化学试验》(本版的 2)。

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。

本标准起草单位：中橡集团沈阳橡胶制品研究设计院。

本标准主要起草人：马琳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

GB/T 11202—1989。

橡胶中铁含量的测定

1,10-菲啰啉光度法

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。使用者有责任采取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 1,10-菲啰啉光度法测定橡胶中铁含量的方法。

本标准适用于铁含量在 5.0 mg/kg~1 000 mg/kg 的生胶、混炼胶和硫化橡胶。对于较高或较低的铁含量的样品可通过适当调整试样质量或试液的浓度进行测定。

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(eqv ISO 247)

GB/T 15340 天然、合成生胶取样和制样方法(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

橡胶试样经灰化后以盐酸溶解,若有不溶性残渣用硫酸和氢氟酸除硅。用缓冲溶液调节 pH 值约为 5,再用盐酸羟胺和 1,10-菲啰啉溶液处理、显色,形成红色铁络合物,用分光光度计在 510 nm 波长处测吸光度,并根据标准曲线,求出试样的铁含量。

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 硫酸: $\rho=1.84$ g/mL。

4.2 氢氟酸: $\rho=1.13$ g/mL,质量分数:38%~40%。

4.3 缓冲溶液:在约 250 mL 水中溶解 164 g 无水乙酸钠,并加入 28.5 mL 冰乙酸,然后用水稀释至 500 mL,若该溶液浑浊,则应在使用时过滤。如果在绘制标准曲线时,缓冲溶液使参考溶液带色过深,则可能要选用下列方法配制缓冲溶液:在 200 mL 水中溶解 80 g 氢氧化钠或 106 g 无水碳酸钠,加入 142.5 mL 密度为 1.05 g/mL 的冰乙酸,并稀释该溶液至 500 mL。

4.4 盐酸溶液:1+1(V_1+V_2)。

4.5 盐酸羟胺溶液:在适量水中溶解 10 g 盐酸羟胺,并用水稀释溶液至 100 mL。

4.6 1,10-菲啰啉溶液:在热水中溶解 0.5 g 的 1,10-菲啰啉,并用水稀释溶液至 500 mL。

4.7 铁标准溶液(100 μ g/mL):称取 0.702 1 g 六水合硫酸亚铁铵(纯度的质量分数为 99.9%),放入 50 mL 烧杯中,用少量的水湿润,再加入 3 mL 盐酸,使之溶解。然后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 铁标准溶液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$):用移液管吸取 10 mL 铁标准溶液(4.7)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(现用现配)。

5 仪器

实验室常用仪器及以下装置:

- 5.1 分光光度计:可以测量波长为 510 nm 处的吸光度,并配有吸收池,光程为 10 mm。
- 5.2 分析天平:分度值为 0.1 mg。
- 5.3 高温炉:温度可控制在 $(550\pm 25)^\circ\text{C}$ 和 $(950\pm 25)^\circ\text{C}$ 。
- 5.4 电炉或水浴。
- 5.5 铂坩埚:30 mL。

6 标准曲线的绘制

在 7 个 50 mL 容量瓶中各加入 1 mL 盐酸溶液(4.4)、10 mL 缓冲溶液(4.3)、1 mL 盐酸羟胺溶液(4.5)和 10 mL 的 1,10-菲罗啉溶液(4.6),并用移液管分别加入 0 mL、0.5 mL、1 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 铁标准溶液(4.7),用水稀释至刻度,静置 15 min,将各溶液分别注入吸收池中,于波长 510 nm 处,以空白溶液为参比溶液,测定吸光度。以 50 mL 测定溶液中含铁量(μg)为横坐标,其相应吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

如果使用双光束仪器测量吸光度,则要将盛有空白溶液的吸收池放在参考光路中,以空白溶液作为基础,测量标准溶液的吸光度。

7 取样

- 7.1 生胶按 GB/T 15340 规定执行。
- 7.2 混炼胶参照 GB/T 17783 规定执行。
- 7.3 硫化胶按 GB/T 17783 规定执行。

8 分析步骤

8.1 试样的制备

称取混炼胶或硫化胶试样 0.5 g~2 g,称准至 0.1 mg;若是生胶称取 10 g,称准至 0.01 g(在称量过程中应避免铁离子的干扰),置于坩埚中,按 GB/T 4498 的规定,在 $(550\pm 25)^\circ\text{C}$ 灰化,待灰化完全后,将坩埚移出高温炉;冷却后,加入 5 mL 盐酸溶液和 5 mL 水,置于水浴上溶解并蒸发至 1 mL~2 mL,如果溶液呈橘黄色,表明有大量的铁存在,再加入 5 mL 盐酸溶液,使溶解完全并蒸发至 1 mL~2 mL。用少量水稀释溶液并过滤于 50 mL 容量瓶中。若无残渣用水稀释至刻度,摇匀。

若有残渣,需在铂坩埚中按 8.1 重新称取试样并灰化,然后在 $(950\pm 25)^\circ\text{C}$ 灼烧至灰化完全。冷却后,先加入几滴硫酸和 15 mL 氢氟酸在电炉上加热蒸干,重复此操作一次。

然后加入 5 mL 盐酸溶液溶解,过滤至 50 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。

8.2 试验

吸取上述溶液(一般为 2 mL)到 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 缓冲溶液(4.3)、1 mL 盐酸羟胺溶液(4.5)和 10 mL 的 1,10-菲罗啉溶液(4.6),用水稀释至刻度在室温下静置 15 min。

按相同的操作步骤制备空白溶液。

在 510 nm 波长处,以空白溶液为参比溶液,测定吸光度。

从标准曲线上查出铁的质量,单位为微克(μg)。

如果试液的吸光度大于最大的吸光度,可适当稀释,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。

9 结果表示

铁含量以铁的质量 X_1 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1}{m_E} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——标准曲线上查得试液中含铁的质量,单位为微克(μg);

m_E ——试样质量,单位为克(g);

f ——试样溶液的稀释系数。

$f = \frac{50}{V}$, 其中 V 是在 8.2 中吸取试液的体积,单位为毫升(mL)

铁含量若用质量分数 w_1 计,数值以%表示,则按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{X_1}{10\,000} \quad \dots\dots\dots (2)$$

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本国家标准编号;
 - b) 结果和表示方法;
 - c) 测定中观察到的任何异常现象;
 - d) 本国家标准不包括的任何操作;
 - e) 试验日期与试验人。
-