



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-菲啰啉光度法》，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-菲啰啉光度法》，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。

本标准由全国橡胶标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0.7021 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。