

ICS 83.060
G 40



中华人民共和国国家标准

GB/T 9873—2002
代替 GB/T 9873—1988

橡胶 铅含量的测定 双硫腙光度法

Rubber—Determination of lead content
—Dithizone photometric method

2002-10-15 发布

2003-04-01 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

本标准对应于德国标准 DIN 53599(3)—1978《生胶和硫化胶试验 铅含量测定 光度法》，与 DIN 53599 的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 9873—1988《橡胶中铅含量的测定 双硫脲光度法》。

本标准根据 DIN 53599(3)—1978 重新起草，其技术性差异及原因如下：

- a) 删除 DIN 标准中通入硫化氢这部分内容，因为硫化氢是有毒气体，吸入一定量后会导致死亡，删除此步骤使结果准确并减少了误差，简化了操作步骤；
- b) 标准溶液系列浓度由 0, 0.05, 0.25, 0.50, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 改为 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，因为在 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内为曲线线形；
- c) 选用一次加入 20 mL 碱性缓冲液代替分次加入 1 mL 酒石酸钾钠溶液，氨水溶液，调节 pH 为 9~11，一次性加入即可控制 pH 在 9~11 最适范围，同时也减少了分散加入试剂而造成容量上的误差；
- d) 在试剂的配置方面，由浓度为 150 g/L 的盐酸羟胺溶液代替饱和的盐酸羟胺，用质量分数为 30% 的过氧化氢代替质量分数为 50% 的过氧化氢，因为此浓度的试剂已能满足试验条件；
- e) 在计算公式中，用稀释系数 f 代替 V_3/V_1 。这样更简洁。

为便于使用，本标准还做了下列编辑性修改：

- a) 试剂和仪器分成两部分书写；
- b) 取样放在了分析步骤的前面。

本标准与前一版本相比主要变化如下：

- a) 标准溶液系列浓度由 0, 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 改为 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (1988 年版的 6.1；本版的 6.1)；
- b) 在分析步骤中处理试样时，对两次滤液进行合并 (1988 年版的 7.1；本版的 8.4)。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国橡标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：桦林轮胎股份有限公司。

本标准主要起草人：肖秀梅、钟萍、刘立、韩雷、艾丹阳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 9873—1988。

橡胶 铅含量的测定

双硫脲光度法

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

本标准规定了以双硫脲光度法测定橡胶中铅含量的方法。

本标准适用于铅含量不超过 1 000 mg/kg 的生胶、混炼胶和硫化胶。对于含量更高或低的样品可通过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

橡胶的灰分用乙酸铵溶液煮沸并过滤,过滤残余物在 550℃±25℃温度下灼烧后,用盐酸、硝酸和过氧化氢混合液煮沸并过滤。使橡胶中的铅充分溶解,合并两次滤液。在 pH 为 9~11 的溶液中,铅与双硫脲作用生成红色络合物。用盐酸破坏络合物,用分光光度计在 617.5 nm 波长下测定与铅含量相当的游离双硫脲的吸光度。其吸光度与系列标准溶液对比,计算试样中的铅含量。

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 四氯化碳

4.2 盐酸: $\rho=1.18$ g/mL。

4.3 硝酸: $\rho=1.42$ g/mL。

4.4 硫酸: $\rho=1.84$ g/mL。

4.5 盐酸溶液:1+1(V_1+V_2)。

4.6 硝酸溶液:1+1(V_1+V_2)。

4.7 硫酸溶液:1+100(V_1+V_2)。

4.8 过氧化氢:质量分数 30%。

4.9 氨水溶液:1+100(V_1+V_2)。

4.10 盐酸羟胺溶液(150 g/L):称取 150 g 盐酸羟胺溶于 500 mL 水中,稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.11 乙酸铵溶液(180 g/L):称取 180 g 乙酸铵溶于 500 mL 水中,稀释至 1 000 mL,摇匀。